

Titre: Étude de la stabilité dimensionnelle du TPO lors du traitement de
Title: surface pour l'application d'un revêtement

Auteur: Yacine Boucekine
Author:

Date: 2006

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Boucekine, Y. (2006). Étude de la stabilité dimensionnelle du TPO lors du
Citation: traitement de surface pour l'application d'un revêtement [Mémoire de maîtrise,
École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.
<https://publications.polymtl.ca/7805/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/7805/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:**
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE LA STABILITÉ DIMENSIONNELLE DU TPO LORS DU
TRAITEMENT DE SURFACE POUR L'APPLICATION D'UN REVÊTEMENT

BOUCEKINE YACINE

DÉPARTEMENT GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2006

© Yacine Boucekine, 2006.



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-25533-9

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-25533-9

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.


Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

ÉTUDE DE LA STABILITÉ DIMENSIONNELLE DU TPO LORS DU
TRAITEMENT DE SURFACE POUR L'APPLICATION D'UN REVÊTEMENT

présenté par : BOUCEKINE Yacine

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. VADEAN Aurelian, Doct., président

M. SANSCHAGRIN Bernard, Doct Ing., membre et directeur de recherche

M. DERDOURI Abdessalem, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. BALAZINSKI Marek, Ph.D., membre

DÉDICACE

À toute ma famille et à la mémoire de mon père.

REMERCIEMENTS

La réalisation de ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide et les conseils de nombreuses personnes. Je voudrais remercier tout d'abord mon directeur de maîtrise, M. Bernard Sanschagrin, pour son enthousiasme, sa direction, ses idées et ses conseils. La méthodologie qu'il m'a transmise pour aborder un problème me sera utile bien au-delà de ce projet. Je tiens à remercier mon codirecteur de maîtrise, M Salim Derdouri, pour sa forte implication dans le projet, son aide et son soutien pour mener mes travaux à terme. Ses idées et ses conseils toujours constructifs furent énormément appréciés.

Je remercie également M. Jacques Beausoleil, technicien au CREPEC (centre de recherche en polymères et en composites), pour son aide et pour sa patience lors du moulage des plaques ainsi que pour avoir assuré les meilleures conditions aux laboratoires. Je tiens à remercier Patricia Dolez pour m'avoir aidé lors des manipulations sur la DSC (Differential Scanning Calorimeter). Merci à Christian-Charles Martel et Yves Miséréré pour leur soutien technique dans le procédé de peinture.

Aussi, je tiens à remercier le directeur de la compagnie DATRAN, M. Marcel Lepage, pour la visite qu'il nous a accordée au sein de sa compagnie. Je tiens à exprimer mes reconnaissances pour M. Christian Lavoie, représentant de Dupont chez DATRAN, pour la fourniture de la peinture et le soutien technique dans le procédé de peinture. Pour

M. Timothy Skillman également, conseiller technique chez Equistar Chemicals pour la fourniture du matériel nécessaire à ce projet. Merci aux gens de l'IMI (L'institut des matériaux industriels), M. Éric Baril et M. Normand Nardini, pour m'avoir aidé à manipuler le profilographe.

Finalement, merci à mes collègues étudiants pour leur aide et précieux conseils.

RÉSUMÉ

Cette étude expérimentale a pour objet l'étude de l'instabilité dimensionnelle des plaques plastiques en TPO (thermoplastique polyoléfine) avant et après peinture. L'application de la peinture suivie d'une cuisson à 120°C pendant 30 minutes sur des plaques en TPO a révélé que des distorsions différentes de celles dues au vieillissement du matériau apparaissent à la surface des pièces finies. Ces instabilités dimensionnelles sont dues à un effet combiné provenant de deux sources : la première est liée à l'effet du traitement thermique et la deuxième est liée à la peinture elle-même. Ceci nous a donc conduits à chercher des moyens pour étudier l'effet de chacune d'elles séparément.

Pour procéder, des plaques en TPO de 1 mm d'épaisseur ont été fabriquées par le procédé de moulage par injection. Trois paramètres de moulage ont été pris en considération lors de la fabrication, la pression de maintien, la vitesse d'injection et la température du matériau. Les plages de variation de ces trois paramètres ont été déterminées en se basant sur les recommandations du fournisseur du matériau. Dans un premier temps, la pression de maintien a été fixée à une valeur centrale de 45 MPa, la température de matière à 220°C et on a fait varier la vitesse d'injection. Dans un deuxième temps, la vitesse a été fixée à une valeur centrale de 80 mm/s, la température de matière à 220°C et on a fait varier la pression de maintien. Finalement, pour une

pression de maintien de 45 MPa et une vitesse d'injection de 80 mm/s, on a fait varier la température de matière.

Relativement aux objectifs de ce travail, cette étude comprend deux grands volets.

Dans le premier, on a étudié l'effet de la température de traitement sur le TPO en soumettant des pièces non peintes dans un four conventionnel à une température de 120°C, durant une période de 30 minutes. Parallèlement, des tests ont été effectués pour déterminer l'effet du temps et de la température de traitement. On a donc fixé dans un premier temps la température à 120°C, le temps a été varié entre 5, 10 et 30 minutes. Puis, pour un temps de traitement à 30 minutes, on a fait varier la température de traitement à l'intérieur du four à 120°C, 130°C et 140°C.

Des mesures de déformation ont été effectuées à l'aide d'un profilographe laser sur des pièces telles qu'injectées et sur les mêmes pièces juste après le traitement thermique. Ces mesures ont permis d'évaluer l'amplitude de la déformation due au traitement en fonction des paramètres de moulage.

Ce volet a été complété par une étude de caractérisation du matériau avant et après traitement.

Trois techniques ont été utilisées : la DSC, le PVT (pression, volume et température) et la technique des tests de traction mécanique. Plusieurs cas ont été étudiés avec la DSC, cette technique a permis de simuler les effets du traitement thermique sur le TPO dans un four conventionnel.

Dans le deuxième volet, on a étudié la déformation dans le cas des pièces peintes. Des mesures à l'aide d'un profilographe laser ont été effectuées sur ces pièces pour évaluer l'amplitude de la déformation. Les paramètres de moulage ont aussi été pris en considération dans ces mesures pour voir leurs effets sur l'amplitude de la déformation.

Après analyse des résultats, on a conclu que la déformation des pièces peintes en TPO provient de deux sources : la première étant l'effet du traitement thermique et la deuxième étant le retrait de la peinture. La déformation due au traitement est générée d'une part par la libération des contraintes induites lors du moulage et d'autre part à la recristallisation favorisée par la présence des chaînes potentielles à la recristallisation dans le matériau. La déformation due à la peinture quant à elle est provoquée par les contraintes qui prennent naissance dans le film de peinture lors de la solidification. En effet, l'évaporation du solvant contenu dans la peinture liquide provoque un retrait volumique du film de peinture; des liaisons d'adhésion entre le film de peinture et le substrat (TPO) créent une contrainte à l'interface de la couche de peinture et du substrat et par conséquent une déformation de la pièce.

ABSTRACT

The main goal of this experimental work is the study of the dimensional instability of painted and unpainted injection moulded TPO (thermoplastic polyolefin) plaques. The application of paint coating followed by a period of baking at 120°C for 30 minutes on TPO has revealed that excessive deformation other the one generated by TPO aging occurs on the part surface after paint baking. These defects are generated from two different sources; the first one is due to the heat treatment. The second one, however, is generated by paint shrinkage. The combination of these two effects has conducted us to look at a mean to study them separately.

To proceed, a series of one mm thick TPO plaques were injection moulded. Three injection moulding parameters were considered. The first one is the packing pressure, the second one is the injection speed and the third one is the material temperature. The processing window for these three parameters and their central points were as recommended by the material supplier. First the injection speed was set at 80 mm/s, the material temperature at 220°C and the packing pressure was varied, then the packing pressure was set at 45 MPa, the material temperature at 220°C and the injection speed was varied. Finally, the injection speed was set at 80 mm/s, the packing pressure was set at 45 MPa and the material speed was varied.

Relatively to the objectives of this work, this study includes two major parts.

First, the heat effect on the material by baking unpainted TPO plaques in a conventional oven at 120°C during a period of time of 30 minutes was studied. Then the effects of time and temperature were carried. The annealing time effect was studied by fixing the annealing temperature at 120°C and varying the annealing time from 5 to 10 and finally to 30 minutes. In others experiments, the annealing temperature effect was investigated by fixing the annealing time to 30 minutes and varying the annealing temperature from 120 to 130 and finally 140°C.

Deformation measurements were conducted using a laser beam profilogramme on as-molded unpainted TPO plaques and just after being heat treated. The results allowed us to measure the deformation generated by heat effect.

In the first part, the study was completed by the material characterisation before and after annealing using three different techniques: DSC (Differential Scanning Calorimeter), PVT (pressure, volume and temperature) and finally by mechanical tensile tests. Many cases related to annealing time effect and annealing temperature effect were studied using DSC technique. The goal of these tests is to simulate in the DSC apparatus heat effect on TPO plaques in a conventional oven.

In the second part of this work, the deformation generated by the paint itself was studied: deformation measurements by the laser beam machine were conducted on painted TPO plaques. The injection parameters were taken in consideration in these tests.

After analyses of the results, we concluded that the deformation of TPO painted plaques has two different sources. The first source is the heat effect and the second one is the paint effect. The deformation due the heat effect is due to relaxation of stress induced during the moulding process and the post-crystallization of some potential chains in the polymer. The deformation due to paint shrinkage is generated by the stress induced during paint solidification. The solvent evaporation induces volume shrinkage in the paint coating. With the strong links between the former and the substrate, a stress at the interface bends the material consequently.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vii
ABSTRACT	x
TABLE DES MATIÈRES	xiii
LISTE DES TABLEAUX.....	xvii
LISTE DES FIGURES.....	xviii
LISTE DES SYMBOLES	xxii
LISTE DES ABRÉVIATIONS.....	xxvi
LISTE DES ANNEXES.....	xxviii
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	3
1.1 Morphologie extérieure du TPO et adhésion de la peinture	3
1.2 Effet du traitement sur le matériau.....	6
1.3 Effet de la recristallisation	7
1.4 Effet de la relaxation	9
1.5 Effet de la peinture	10
1.6 Procédé de peinture des pièces automobiles en plastique.....	14
CHAPITRE 2 : PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE	18

2.1 Choix du type de l'insert	18
2.1.1 Considérations relatives à la presse d'injection	20
2.1.1.1 Force de fermeture de la presse.....	20
2.1.1.2 Capacité de la presse	22
2.1.2 Considérations relatives aux moules disponibles.....	23
2.2 Conception de l'insert	24
2.3 Polymère utilisé.....	27
2.4 Fabrication des échantillons.....	29
2.4.1 Détermination du domaine de moulage et réglage de la machine	29
2.4.2 Plan de moulage	32
2.4.3 Traitement thermique des pièces injectées non peintes	33
2.5 Application de la peinture sur les échantillons	33
2.5.1 Peinture et équipements	33
2.5.2 Procédé.....	35
2.5.3 Plan de peinture.....	37
2.5.4 Cuisson des pièces peintes dans le four	39
2.6 Mesure de la déformation à l'aide d'un profilomètre à laser	39
2.6.1 Description de l'instrument.....	39
2.6.2 Choix du champ de balayage et du trajet du faisceau laser.....	41
2.7 Caractérisation du TPO	43
2.7.1 Technique de la DSC	44

2.7.1.1 Plan d'échantillonnage	45
2.7.1.2 Simulation du traitement thermique dans la DSC.....	46
2.7.2 Technique de PVT.....	47
2.7.3 Technique des tests de traction	49
CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET ANALYSES.....	50
3.1 Caractérisation du TPO	51
3.1.1 Effet du temps de traitement thermique sur le TPO vierge.....	51
3.1.2 Effet de la température de traitement thermique sur le TPO vierge	55
3.1.3 Effet de la position par rapport au seuil dans le cas du TPO moulé	57
3.1.4 Effet du temps de traitement thermique dans le cas du TPO moulé	58
3.1.5 Test de PVT	59
3.1.6 Tests de traction	60
3.1.7 Conclusion sur la caractérisation du matériau	62
3.2 Déformation des plaques.....	63
3.2.1 Illustration qualitative	63
3.2.1.1 Profil type des pièces telles qu'injectées.....	63
3.2.1.2 Profil des pièces traitées à 120°C	65
3.2.1.3 Profil des pièces peintes après le procédé de cuisson	66
3.2.2 Étude quantitative de la déformation	71
3.2.2.1 Volume total VT	72
3.2.2.2 Volume en dessous d'une pièce V_{inf}	74

3.2.2.3 Volume au-dessus d'une pièce V_{sup}	76
3.2.2.4 Déformation totale DT	76
3.2.2.5 Torsion latérale Tors	78
3.2.2.6 Visualisation de la géométrie de la pièce.....	80
3.2.3 Analyse des résultats	81
3.2.3.1 Effet du traitement thermique et de la peinture.....	81
3.2.3.2 Effet des paramètres de moulage sur la déformation des pièces.....	81
3.2.4 Discussion	93
3.2.4.1 Déformation dans les pièces traitées à 120°C	93
3.2.4.2 Déformation dans les pièces peintes	96
3.2.4.3 Déformation dans les pièces moulées à température variable	97
CONCLUSION	100
RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES	104
RÉFÉRENCES.....	107
ANNEXES	110

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 - Caractéristiques techniques de la presse SE50S	20
Tableau 2.2 - Propriétés physiques et rhéologiques du TP 4308-HR	27
Tableau 2.3 - Données du TP 4308-HR	28
Tableau 2.4 - Plages de variation des paramètres de moulage.....	31
Tableau 2.5 - Paramètres fixes de moulage de la machine	31
Tableau 2.6 - Caractéristiques des pistolets à peinture	35
Tableau 2.7 - Dimension et tolérances de la sphère étalon	41
Tableau 3.1 - Effet de la température et du temps de traitement pour le TPO et le PP	53
Tableau 3.2 - Effet de la température et du temps de traitement pour le TPO moulé.....	59
Tableau 3.3 - Contrainte d'écoulement et module d'Young du TPO traité et non traité..	62

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 - États de contrainte dans un système Substrat/Revêtement.....	11
Figure 1.2 - Contrainte et assèchement de cellulose d'acétate (10 % pds) dans l'acétone	12
Figure 1.3 - Principe de mesure de la contrainte.....	13
Figure 2.1 - Insert fabriqué,.....	26
Figure 2.2 - Plan de moulage suivi et nombre de pièces moulées.	32
Figure 2.3 - Support de fixation des pièces.....	36
Figure 2.4 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque pression de maintien.	37
Figure 2.5 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque vitesse d'injection.....	38
Figure 2.6 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque température de matière.	38
Figure 2.7 - Profilographe laser.	41
Figure 2.8 - Champ de balayage et parcours du faisceau laser.	43
Figure 2.9 - Différents cas étudiés par la technique de la DSC.	45
Figure 2.10 - Pièce en TPO montrant les endroits où étaient coupés les échantillons.....	46
Figure 2.11 - Principe de simulation du traitement thermique dans le four de la DSC. ...	47
Figure 2.12 - Montage de la machine PVT à ultrason.	48
Figure 2.13 - Programme de température imposé à l'échantillon.....	49
Figure 3.1 - DSC du TPO vierge a) non traité, b) traité 5 min à 120°C, c) 10 min à 120°C, d) 30min a 120°C.....	52

Figure 3.2 - DSC du PP vierge a) non traité, b) traité 5 min à 120°C, c) 10 min à 120°C, d) 30min à 120°C.	54
Figure 3.3 - DSC du TPO a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 130°C/30min, d) à 140°C/30min.	56
Figure 3.4 - DSC du PP pure a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 130°C/30min, d) à 140°C/30min.	57
Figure 3.5 - DSC du TPO. a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 120°C/30min, d) à 120°C/60min.	58
Figure 3.6 - Programme de température imposé à l'échantillon dans la machine.	60
Figure 3.7 - Densité du TPO en fonction du programme de température imposé.	60
Figure 3.8 - Propriétés mécaniques du TPO traité et non traité.	61
Figure 3.9 - Profil des pièces telles qu'injectées.	64
Figure 3.10 - Points d'impact des éjecteurs.	65
Figure 3.11 - Profil des pièces traitées à 120°C.	66
Figure 3.12 - Profil des pièces peintes et cuites à 120°C.	67
Figure 3.13 - Notions de volume total, volume supérieur et volume inférieur.	73
Figure 3.14 - Champ de balayage de la machine et bords de la pièce.	74
Figure 3.15 - Évaluation du V_{inf} ou V_{sup} par la méthode numérique.	75
Figure 3.16 - Déformation totale et torsion dans une pièce non peinte.	77
Figure 3.17 - Déformation totale et torsion dans une pièce peinte.	78
Figure 3.18 - Torsion près et loin du seuil dans la pièce.	80

Figure 3.19 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans les pièces telles qu'injectées.....	82
Figure 3.20 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans le cas des pièces recuites.	83
Figure 3.21 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans le cas des pièces peintes et cuites.	83
Figure 3.22 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs Pmaint).	84
Figure 3.23 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs Pmaint).	84
Figure 3.24 - VT et Vsup en fonction de Vinj dans le cas des pièces telles qu'injectées.	85
Figure 3.25 - VT et Vsup en fonction de Vinj dans le cas des pièces recuites.	85
Figure 3.26 - VT et Vsup en fonction de Vinj dans le cas des pièces peintes et cuites. ...	86
Figure 3.27 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs Vinj).	86
Figure 3.28 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs Vinj).	87
Figure 3.29 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces telles qu'injectées	87
Figure 3.30 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces recuites.....	88
Figure 3.31 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces peintes et cuites...	88
Figure 3.32 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs Tmat).	89
Figure 3.33 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs Tmat).	89
Figure 3.34 - Torsion près du seuil dans les pièces traitées en fonction de Pmaint.....	90
Figure 3.35 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées en fonction de Pmaint.	91
Figure 3.36 - Torsion près du seuil dans les pièces traitées en fonction de Vinj.....	91
Figure 3.37 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées en fonction de Vinj.	92
Figure 3.38 - Torsion près du seuil dans les pièces traitées en fonction de Tmat.....	92
Figure 3.39 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées en fonction de Tmat.	93

Figure 3.40 - Gradient de la température dans la direction normale.....	95
Figure 3.41 - Évolution du profil de la pièce pendant la cuisson.....	97
Figure 3.42 - Viscosité dynamique des deux lots.	99

LISTE DES SYMBOLES

C_p	Course de la vis
C_m	Épaisseur du coussin de matière à la fin du maintien
d_l	Longueur du parcours du laser
dia	Diamètre de l'éjecteur
D1	Déformation du côté du seuil
D2	Déformation du côté opposé au seuil
DT	Déformation totale de la pièce
DTM	Déformation totale moyenne
E_c	Module élastique du revêtement
E_s	Module élastique du substrat
E_x	Erreur maximale de mesure en μm
E1x	Erreur linéaire dans la direction de x
E1y	Erreur linéaire dans la direction de y
E1z	Erreur linéaire dans la direction de z
F_f	Force de fermeture de la presse
F_v	Force de verrouillage
h_i	Hauteur de chaque parallélépipède
H	Écart entre Z_{\max} et Z_{\min}
ΔH	Enthalpie totale de fusion du matériau

K	Erreur systématique de la machine qui ne dépend pas de la longueur à mesurer
l	Longueur de la cavité
L	Largeur de la cavité
M	Nombre de points du maillage
$n =$	0.7 pour des matériaux type PP
P_{maint}	Pression de maintien
P_{v-p}	Position du transfert (vitesse - pression)
$P_{v-v.}$	Position du changement de vitesse (de V_1 à V_2)
P_c	Pression dans la cavité
R	Rayon de courbure
S_p	Surface projetée
S_i	Surface élémentaire du maillage
t_c	Épaisseur du revêtement
t_s	Épaisseur du substrat
t	Profondeur de la cavité
TorsPS	Torsion près du seuil
TorsLS	Torsion loin du seuil
T_{mat}	Température de la matière
T_{moule}	Température du moule.
t_{maint}	Temps de maintien

t_r	Temps de refroidissement de la pièce
V_T	Volume total
V_{inf}	Volume en dessous de la pièce
V_{sup}	Volume au-dessus de la pièce
V_{TM}	Volume total moyen
V_p	Volume de la pièce
V_m	Volume de la moulée
V_{inj}	Vitesse d'injection
V_{min}	Vitesse minimale de V_1
V_{max} :	Vitesse maximale de V_1
V_1	Vitesse d'injection sur le premier palier
V_2 :	Vitesse d'injection sur le deuxième palier
X	Coordonnée dans la direction x
Y	Coordonnée dans la direction y
Z	Coordonnée dans la direction z
Z_{min}	Coordonnée du point le plus bas de la surface supérieure de la pièce
Z_{max}	Coordonnée du point le plus haut de la surface supérieure de la pièce
\bar{Z}	Valeur moyenne de tous les Z d'une même ligne dans la direction de y
Z_i	Coordonnée dans la direction de Z de chaque point
γ	Constante relative à l'erreur due au parcours
ψ_c	Coefficient de Poisson du revêtement

ν_s	Coefficient de Poisson du substrat
σ	Contrainte dans le substrat
Φ	Diamètre de la sphère étalon
Eta'	Viscosité dynamique

LISTE DES ABRÉVIATIONS

AFM	Atomic force microscopy
CREPEC	Centre de recherche en plastiques et en composites
CNRC	Conseil national de recherche du Canada
CPO	Chlorinated polyolefin
DSC	Differential Scanning Calorimeter
EPR	Ethylene propylene rubber
IMI	Institut des matériaux industriels
iPP	Polypropylène isotactique
1K	Système de peinture à une seule composante
2K	Système de peinture à deux composantes
LLDPE	Linear low density polyethylene
LDPE	Low density polyethylene
PP	Polypropylène
PVT	Technique de caractérisation d'un matériau en (Pression, Volume et Température)
P-20	Symbole de l'acier utilisé pour l'insert
SMC	Sheet molding composites
STXM	Scanning transmission X-ray microscopy
TGA	Thermo-gravity analysis

TEM	Transmission electron microscopy
TPO	Thermo-plastic polyolefin
UV	Rayonnement ultraviolet
VLDPE	Very low density polyethylene

LISTE DES ANNEXES

Annexe A.1 - Dessin de définition de l'insert fabriqué	110
Annexe A.2 - Modèle d'éjecteur choisi	119
Annexe A.3 - Test de DSC du fournisseur.....	121
Annexe A.4 - Test de TGA du fournisseur	122
Annexe A.5 - Tableaux de valeurs des critères de comparaisons	124
Annexe A.6 - Viscosité dynamique des deux lots	129
Annexe A.7 - Masse des échantillons en fonction de la pression de maintien	130
Annexe A.8 - Profils des pièces telles qu'injectées vs paramètres de moulage.....	131
Annexe A.9 - Profils des pièces traitées thermiquement vs paramètres de moulage....	133
Annexe A.10 - Profils des pièces peintes vs paramètres de moulage	135
Annexe A.11 - Domaines des paramètres variables et des paramètres de la presse	137
Annexe A.12 - Incertitudes relatives à la machine	144
Annexe A.13 - Stabilité de la pièce sur la table	147
Annexe A.14 - Calibration de la machine.....	150

INTRODUCTION

De nos jours, les plastiques, comme tout autre matériau, occupent une place importante dans l'industrie automobile. Leur utilisation a été favorisée en particulier par un rapport qualité-poids meilleur et des propriétés mécaniques aussi proches de celles des métaux. Le TPO est l'un des plastiques les plus utilisés dans cette industrie. Il sert en général pour mouler par injection certaines pièces comme les pare-chocs, ailes et autres accessoires. Son introduction dans ce domaine a pour objectif le remplacement des pièces métalliques lourdes et difficilement usinables par des pièces en plastique légères et faciles à mettre en forme. Au tout début de son introduction dans l'industrie automobile, le TPO a toujours été utilisé à l'état brut, c'est-à-dire sans aucune décoration. Le problème, qui s'est avéré majeur à l'époque, était la mauvaise adhésion de la peinture à sa surface. En effet, les plastiques ont une énergie nulle à la surface; en d'autres termes, aucune liaison n'est possible avec la peinture si elle est appliquée dessus. Pour pallier à ce problème, trois différentes méthodes de peinture ont été développées. La première étant la décoration conventionnelle par l'application d'une mince couche de peinture. La deuxième, appelée *Molded-in-color*, consiste à pigmenter le TPO brute avant moulage. La troisième, appelée *Film technology*, consiste à étaler un film en plastique d'une couleur désirée dans la cavité sur laquelle on vient injecter le TPO.

Pour des raisons purement économiques, la première méthode est de loin la plus intéressante. Des statistiques de 2002 [1] évaluaient à 87 % du marché mondial le TPO peint par la méthode conventionnelle, les mêmes statistiques prévoyaient même une prédominance à 77 % jusqu'en 2007. La popularité de cette méthode n'est pas un signe de sa fiabilité. Les difficultés liées à cette méthode sont en réalité nombreuses, en plus des problèmes reliés à l'adhésion de la peinture au substrat, d'énormes problèmes relatifs à la stabilité dimensionnelle de la pièce surgissent après la phase de cuisson de la peinture. En effet, des distorsions, déformations et retraits excessifs ont été constatés dans plusieurs compagnies de décoration des pièces plastiques. À titre d'exemple, une visite à une compagnie située à Sherbrooke nous a permis de constater de tels problèmes. Selon les statistiques de la compagnie, le nombre de pièces concernées par ces anomalies est variable et il peut atteindre dans certains cas un taux de 30 %. Ces pertes sont évidemment importantes et elles justifient l'inquiétude des responsables de ces compagnies. Cette étude expérimentale tente justement de donner une explication à ce problème en mettant en évidence les sources possibles de ces défauts et si possible trouver le remède adéquat. La stratégie suivie pour comprendre ce phénomène consiste justement à fabriquer des pièces en plastique par injection, reproduire le procédé de peinture en entier y compris la cuisson, puis, en fonction de certains paramètres qu'on contrôle volontairement, des paramètres aussi bien liés au moulage qu'au procédé de peinture, on essaie d'identifier qualitativement les sources principales de ces anomalies et d'évaluer quantitativement leurs effets.

CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans l'industrie automobile, les pièces extérieures telles que pare-chocs, ailes et autres accessoires sont fabriquées en oléfines thermoplastiques (TPO). Ce sont des polymères semi-cristallins qui peuvent subir des retraits, des déformations et des distorsions durant un traitement thermique. L'application de la peinture à la surface de ces pièces génère à son tour des contraintes dues au retrait après la solidification de la peinture. La combinaison de tous ces paramètres dans un procédé de cuisson de la peinture peut résulter par des défauts de surfaces non négligeables. Plusieurs travaux de recherche ont été faits dans le but d'élucider les sources possibles de ces défauts. Un bon nombre de ces travaux ont été consacrés à l'étude de la morphologie extérieure du TPO et son rôle dans l'adhésion de la peinture. D'autres ont été consacrés à la recristallisation et la libération des contraintes résiduelles induites lors du moulage. D'autres études par contre ont été consacrées au comportement de la peinture en tant que revêtement, en investiguant l'aspect retrait après sa solidification.

1.1 Morphologie extérieure du TPO et adhésion de la peinture

Le TPO est essentiellement composé de polypropylène comme étant la phase dominante du matériau (61 %) et d'une deuxième phase d'élastomère sensée améliorer la souplesse du matériau et la résistance à l'impact à de très basses températures (-50°C). Cette phase

mineure est généralement un copolymère d'éthylène-propylène (EPR). La proportion de cette phase peut varier selon les grades du matériau et les conditions de son utilisation. Généralement, elle représente 30 % du composé. Durant l'extrusion, le LLDPE peut être rajouté dans une proportion de 8 %.

Dans la matrice de polypropylène, l'EPR est dispersé comme de fines particules ayant des dimensions inférieures à 20 μm . Pour améliorer l'adhésion de la peinture sur les pièces, le CPO (chlorinated polyolefins) est souvent utilisé comme promoteur d'adhésion. Après son application à la surface, le CPO diffuse à l'intérieur du substrat et crée une liaison avec les particules de l'EPR dispersées dans le substrat en assurant ainsi une bonne adhésion quand la peinture est appliquée dans les bonnes conditions [2]. Des études faites par Ryntz et al. [2,3] sur des pièces en TPO fabriquées par injection ont montré que le polypropylène cristallise à la surface du composé. La proportion et le taux de cristallinité de cette couche peuvent changer en agissant sur la température et le taux de cisaillement du procédé de moulage ainsi que les conditions de traitement thermique après le moulage. Aussi, les auteurs ont démontré que les premières particules de l'EPR sont situées juste en dessous d'une couche de polypropylène à 15 μm de la surface et s'étendent en profondeur dans la matrice. Après l'application de la peinture, la couche de l'EPR a un rôle déterminant dans la bonne adhésion de la peinture.

Les travaux de Mirabella et Strebel [4-5] ont rapporté quelques résultats expérimentaux sur la morphologie de surface des pièces en TPO peintes et non peintes en utilisant diverses techniques (TEM, AFM et STXM). Ils ont montré que les particules de l'EPR se situent tout près de la surface entre 0.1 et 0.8 μm dans le cas des pièces peintes et non peintes. Aussi, ils ont développé un modèle théorique qui permet de prédire l'épaisseur de l'interface de diffusion CPO/TPO. Cette interface est comprise entre 11 nm et 400 nm. Ils ont bien montré dans des pièces peintes de TPO la stratification de l'interface et la migration du CPO dans le substrat. D'autre part, il a été démontré que la morphologie des particules d'EPR tout près de la surface peut avoir une forme sphérique ou elliptique dans la zone de cisaillement élevé [5,6].

Ryntz [7,8] a démontré que l'adhésion et la résistance de la peinture au dommage sont directement liées à la composition du mélange et aux conditions de moulage. La masse moléculaire du PP, le type de copolymère, la cristallinité et le taux de cisaillement induit durant le moulage influencent grandement ces deux propriétés.

Une bonne adhésion de la peinture est obtenue par :

- 1) une faible masse moléculaire du PP ;
- 2) une faible cristallinité de l'élastomère ;
- 3) un faible taux de cisaillement durant le moulage.

D'autre part, un faible taux de cisaillement peut être obtenu par :

- 1) une faible vitesse d'injection et un volume de seuil important induisant moins de cisaillement ;
- 2) une faible vitesse d'injection et une basse température de matériau génèrent une zone de cisaillement épaisse ;
- 3) une faible vitesse d'injection, une basse température de matériau et un faible volume du seuil favorisent la bonne adhésion de la peinture.

1.2 Effet du traitement sur le matériau

Après le moulage, les pièces plastiques peuvent subir une opération de post-processing telle que la cuisson quand les pièces sont peintes. Il existe deux façons avec lesquelles l'effet du chauffage peut affecter les pièces :

- 1) l'effet de recristallisation peut changer le volume spécifique des matériaux semi-cristallins (effet volumétrique);
- 2) la relaxation des contraintes qui se manifeste lorsqu'on augmente suffisamment la température du matériau (effet linéaire).

Plusieurs études ont été faites au sujet de ces deux effets et leurs conséquences sur les propriétés mécaniques des pièces plastiques. Le PP pure et d'autres alliages tels que

(PP/EPR), (PP/LLDPE), (PP/LDPE) de polymères semi-cristallins ont été étudiés pour élucider ces deux phénomènes.

1.3 Effet de la recristallisation

Comme on va le voir plus tard, le TPO montre deux pics de fusion, le premier est autour de 120°C et correspond à la fraction du LLDPE et du EPR présent dans le mélange, le deuxième se situe autour de 160°C et il correspond à la fusion de la matrice en PP. En conséquence, il est évident de penser à l'effet que pourrait générer le traitement de cuisson de la peinture qui s'effectue vers 120°C sur toutes les composantes du matériau, c'est-à-dire EPR, LLDPE et PP.

Relativement à la portion du PP, Cser et Shanks [9] ont démontré dans l'étude faite sur un composé (PP, LLDPE) qu'après un traitement thermique juste en dessous de la température de fusion de chaque composante, c'est-à-dire près de 120°C et près de 160°C, l'augmentation totale d'enthalpie est de 10-15 %. D'autre part, le traitement a augmenté la cristallinité du PP, mais cette augmentation ne se produit pas durant le traitement lui-même mais plutôt durant le cycle de refroidissement qui suit le traitement. La cristallinité du LLDPE n'augmente pas par contre.

Poussin et al. [10] ont étudié l'évolution de la structure du PP en fonction du temps de traitement à 125°C, des variations rapides des caractéristiques de la structure tels que la

cristallinité, la densité et les dimensions apparentes des cristaux ont été observées durant les premières cinq minutes de traitement. En effet, la température de traitement de 125°C a favorisé la mobilité des chaînes dans les régions amorphes du polymère d'une position thermodynamique moins stable à une autre plus stable. Ceci conduit impérativement à l'arrangement des chaînes amorphes dans un réseau qui a les mêmes caractéristiques que celles des cristaux initialement présents dans le polymère.

Zhang et al. [11] ont étudié le dédoublement du pic de fusion du polypropylène isotactique iPP. Il a été démontré qu'il y a présence de deux types de cristaux qui se sont formés lors de l'application d'une cristallisation isotherme en cascade.

Aussi, Ismail et al. [12] ont démontré que la cristallisation du polypropylène isotactique (iPP) en dessous de 132°C génère deux types de sphérulites, α et β . Au-dessus de cette température, elle ne génère que les sphérulites α . Ces dernières ont une structure plus complexe que le type β qui a une structure plus ouverte et moins dense.

L'apparition d'un épaulement près du pic de fusion du PP sous forme d'un endotherme appelé aussi (broad low temperature shoulder) a été observée par Drozdov [13] lorsque l'iPP a été traité à différentes températures 110°C, 120°C et 130°C.

Relativement à la fraction du LLDPE présente dans le mélange, l'évolution du premier pic d'une forme aplatie avant le traitement à une forme aiguë après le traitement a été

observée par Cser et al. [14] lorsqu'il a traité à 120°C durant 10 minutes un composé de polypropylène contenant le LLDPE.

1.4 Effet de la relaxation

Les pièces plastiques fabriquées par injection contiennent souvent des contraintes résiduelles. Ces contraintes sont les conséquences d'un refroidissement non équilibré à travers l'épaisseur de la pièce ou le long de l'écoulement de la matière fondue. L'amplitude de ces contraintes dépend essentiellement des paramètres de moulage. Le changement d'état des contraintes peut se manifester après le moulage comme le résultat de la relaxation des contraintes ou après une recristallisation dans le matériau. C'est ce genre de phénomènes qui causent l'instabilité dimensionnelle et géométrique des pièces plastiques. Il arrive aussi que les contraintes résiduelles soient la source de craquelures dans la pièce elle-même ou dans les couches de revêtements.

Yung Lin [15] a fait une étude quantitative sur les contraintes résiduelles dans des pièces en TPO non peintes en utilisant l'interférométrie de Moirée, il a conclu que :

- le niveau des contraintes résiduelles augmente en s'éloignant du seuil;
- au centre des plaques, les contraintes résiduelles dans la direction de l'injection sont plus élevées que celles dans la direction transversale;

- les contraintes résiduelles sont compressives à la surface et extensive dans le cœur des plaques.

1.5 Effet de la peinture

La plupart des revêtements à base de polymères subissent un retrait durant et après la solidification suite aux réactions chimiques, évaporation du solvant, séparation de phase ou la combinaison entre ces facteurs. Lorsque la peinture est appliquée sur un polymère, deux types de contraintes interagissent. Le premier type est dû à l'effet du retrait de la peinture (résultat de l'évaporation du solvant et du réarrangement des chaînes en réaction). Le deuxième type étant dû à la relaxation des contraintes résiduelles. En raison de la liaison solide du promoteur d'adhésion entre la peinture et le matériau, des contraintes à l'interface se développent dans le plan de la peinture ou dans le matériau comme montré à la figure 1.1.

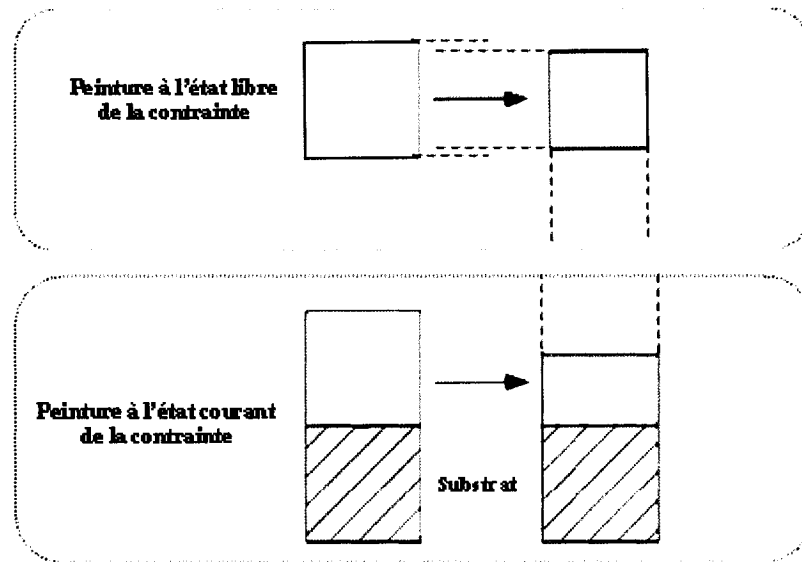


Figure 1.1 - États de contrainte dans un système Substrat/Revêtement.

La résultante des contraintes en question peut provoquer les effets suivants :

- craquelure de la peinture;
- délaminage de la peinture;
- déformation de la pièce.

Lors du séchage, une bonne partie du solvant s'évapore donnant naissance à une contrainte entre le revêtement et le substrat. Sa valeur augmente rapidement durant les deux premières minutes (voir figure 1.2) à cause de la fraction du solvant qui s'évapore. La partie infime emprisonnée dans le revêtement s'échappe lentement en fonction du temps et en conséquence la contrainte se développe faiblement avant de plafonner.

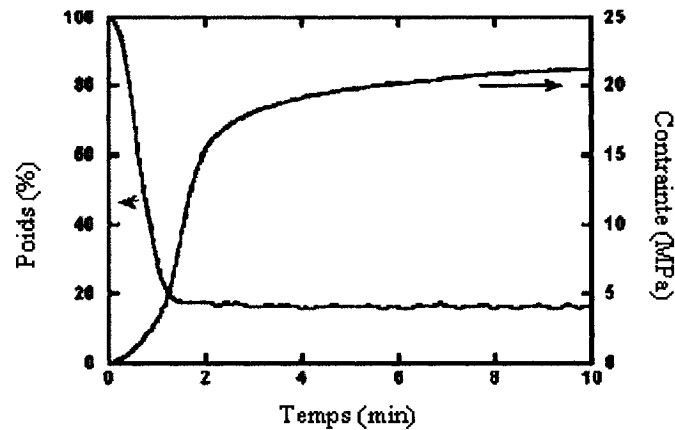


Figure 1.2 - Contrainte et assèchement de cellulose d'acétate (10 % pds) dans l'acétone.

Il arrive dans certains cas de revêtement que la courbe de contrainte atteigne son maximum puisqu'elle décroisse en raison des contraintes résiduelles dans le substrat qui se libèrent au fil du temps. Dans ce cas, la contrainte est fonction de deux paramètres en opposition.

Le modèle développé par Corcoran [16] en 1969 dont le principe se base sur la flexion dans une poutre encastrée d'un côté (voir figure 1.3) est le modèle le plus utilisé pour calculer la contrainte interne dans un film de revêtement. Le modèle développé est exprimé en fonction des propriétés élastiques du revêtement et du substrat (module d'Young, coefficient de Poisson) et les dimensions des deux (épaisseur du revêtement, épaisseur du substrat et de son rayon de courbure).

$$\sigma = \frac{d E_s t_s^3}{3 t_c L_c^2 (t_s + t_c) (1 - \nu_s)} + \frac{d E_c (t_s + t_c)}{L_c^2 (1 - \nu_c)}$$

E_c = module élastique du revêtement

E_s = module élastique du substrat

ν_c = coefficient de Poisson du revêtement

ν_s = coefficient de Poisson du substrat

t_c = épaisseur du revêtement

t_s = épaisseur du substrat

σ = contrainte dans le substrat

r = rayon de courbure du substrat

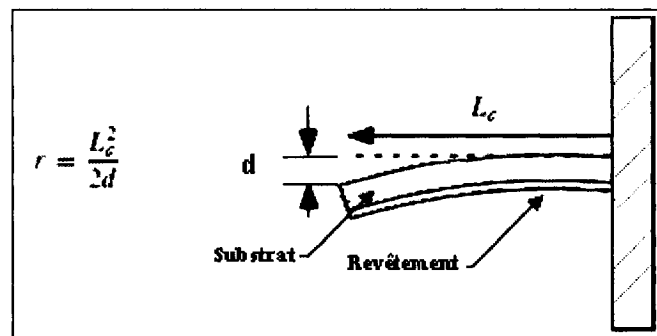


Figure 1.3 - Principe de mesure de la contrainte.

De nombreux auteurs se sont inspirés de ce modèle pour valider les mesures et calculer la contrainte due au revêtement dans certaines applications.

Perera et Vanden Eynde [17,18] se sont basés sur le modèle de Corcoran pour prendre certaines considérations dans l'utilisation de la technique de la poutre encastrée et calculer la contrainte dans un film de revêtement en fonction de la concentration de la pigmentation du revêtement.

Boerman et Perira [19] se sont inspirés du même modèle pour développer des équations qui permettent de calculer la contrainte dans un système de revêtement à multicouches en utilisant les propriétés élastiques de chacune des couches, leurs dimensions, les propriétés élastiques du substrat et son épaisseur. Ces équations ont été validées en calculant la même contrainte avec une équation qui n'est fonction que des propriétés des différentes couches du revêtement (module d'élasticité, coefficient de Poisson et température de transition vitreuse).

Dans les travaux faits par Croll [20] et Lei [21], il a été démontré que la contrainte qui se développe dans le film de peinture est indépendante de l'épaisseur du film après solidification et de la concentration de la solution initiale. Un modèle qui prédit la valeur de la contrainte dans le film montre qu'elle est indépendante de l'épaisseur du film et de la concentration initiale.

1.6 Procédé de peinture des pièces automobiles en plastique

La décoration des pièces automobiles en plastique par la méthode conventionnelle est une technique complexe et laborieuse. Seules les compagnies spécialisées la maîtrisent.

Dans le cadre de l'étude de ce projet, on a eu l'occasion de se rendre sur les lieux de travail de la compagnie DATRAN, un leader dans le domaine de la décoration des pièces plastiques. Cette visite nous a permis de voir les différentes étapes du procédé de peinture, du tri des pièces jusqu'à la cuisson de la peinture. Ce qui suit donne un aperçu général du procédé de peinture par la méthode conventionnelle.

À la réception, les pièces sont d'abord inspectées visuellement puis triées. Toutes les pièces ayant des défauts sont retirées immédiatement du lot. Ces défauts peuvent être des déformations, des distorsions, des retraits excessifs, des lignes de soudures ou des défauts à la surface. Par la suite, les pièces sélectionnées sont nettoyées avec des produits détergents, de l'eau de ville et de l'eau déminéralisée. Cette étape permet de débarrasser les pièces des matières grasses, souvent le reste d'agent démoulant ou d'autres matières qui se déposent durant la période de stockage de la pièce. L'étape suivante est la phase de séchage où toutes les pièces passent à travers un tunnel dont la température est contrôlée. Cette étape permet d'évaporer toutes les traces d'eau présentes à la surface. Les pièces sont ensuite transférées à l'aide d'un convoyeur automatisé pour recevoir une fine couche de promoteur d'adhésion. La couche est déposée à l'aide d'un fusil à peinture. Si cette opération est manuelle, l'agent qui s'en occupe doit être suffisamment qualifié afin que la couche soit assez fine et uniformément déposée à la surface. Une fois terminée, les pièces sont laissées à l'air libre afin que le solvant s'évapore. Ce temps est appelé le temps de flash du promoteur

d'adhésion. Il est de l'ordre de 5 à 10 minutes. Ensuite, deux couches de peinture sont appliquées par-dessus le promoteur d'adhésion. Un temps de 5 minutes est nécessaire entre la première et la deuxième couche. Ce temps permet l'évaporation du solvant présent dans la première couche de peinture. L'application immédiate d'une deuxième couche emprisonne plus longtemps le solvant à la surface de la pièce et risque de pénétrer dans le substrat. Après l'application de la deuxième couche de peinture, 5 autres minutes sont aussi nécessaires pour évaporer le solvant de la deuxième couche. Deux couches de vernis sont appliquées par la suite sur la peinture. Le temps de flash de l'ordre de 5 minutes est aussi nécessaire avant et après la deuxième couche. Puis les pièces sont laissées à l'air libre pour faire évaporer le plus possible le solvant présent dans le vernis.

Une fois le vernis appliqué, les pièces sont introduites dans un four conventionnel à une température de 120°C. Dès l'introduction des pièces à l'intérieur du four, la plus grande quantité du solvant est évaporée et la réaction chimique a lieu. Le séjour des pièces dans le four est de 30 minutes, c'est le temps nécessaire pour la solidification totale de la peinture. Il faut mentionner que la peinture et le vernis tout deux à base de solvant utilisés par DATRAN sont un système 1K qui veut dire à une seule composante. La peinture et le vernis n'ont pas besoin d'activateurs pour déclencher la réaction chimique. À température ambiante, la couche de peinture et de vernis ne se solidifie pas. À sa

sortie du four, la peinture est solidifiée et le procédé est terminé à ce stade. Les pièces sont ensuite refroidies à l'air libre et finalement stockées ou livrées.

CHAPITRE 2 : PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

Les principaux points traités dans cette partie sont les suivants : le choix et la conception de l'insert, la description du TPO utilisé, des produits et du matériel de peinture, la procédure et le plan de fabrication des échantillons, le procédé et le plan de peinture des échantillons, le traitement des pièces peintes et non peintes, la description de la procédure de mesure de la déformation de la pièce et finalement les techniques utilisées dans la caractérisation du TPO.

2.1 Choix du type de l'insert

Le choix du moule était basé principalement sur les critères recherchés pour atteindre l'objectif de ce travail, c'est-à-dire l'étude de l'instabilité dimensionnelle des pièces plastiques. En revenant dans notre analyse aux sources possibles de ces anomalies, notre première réflexion nous a laissé considérer deux principaux facteurs. Le premier étant l'effet des paramètres de moulage dans la fabrication des pièces et le deuxième étant l'effet de la peinture elle-même. Après analyse et discussion du sujet relativement aux paramètres de moulage, une forme plate et rectangulaire de la cavité s'est avérée la plus avantageuse. En effet, une forme aussi simple qui ne présente aucun changement de section ni de direction le long de l'écoulement va mettre en évidence l'effet de ces paramètres. Aussi, il était question de choisir une profondeur convenable de la cavité.

En considérant les difficultés qui peuvent apparaître lors du moulage avec une plaque mince, notamment les déformations que peut subir lors de l'éjection, une plaque trop mince n'est donc pas la bonne option. À l'opposé, une épaisseur faible permet d'amplifier la déformation et la rendre plus visible et donc facilement détectable. Pour le choix du type de seuil, il était évident d'opter pour un seuil de type film. Celui-ci permet un écoulement très régulier sur toute la largeur de la cavité d'une part et évite le phénomène du jetting d'autre part.

Relativement aux effets de la peinture, deux sources possibles ont été alors envisagées, la première étant de nature chimique, ce cas a été immédiatement écarté étant donné que cet effet, s'il existe, se manifeste indépendamment du moule. La deuxième étant de nature mécanique relative à la force d'adhésion; dans ce cas, il était question de considérer l'état de surface de la pièce. Après réflexion, il s'est avéré important de limiter l'effet de la force d'adhésion juste à sa valeur minimale obtenue lorsque la pièce est parfaitement lisse. Ceci nous a conduit en conséquence à opter pour un état de surface polie miroir de la cavité. D'autres considérations, notamment celles liées à la presse d'injection disponible, vont déterminer la géométrie et les dimensions exactes du moule.

2.1.1 Considérations relatives à la presse d'injection

Relativement à la presse d'injection disponible dans le laboratoire du CREPEC, plusieurs paramètres ont été pris en considérations tels que la force maximale de fermeture de la presse, sa capacité de dosage, la pression maximale d'injection, la force maximale d'éjection, la distance entre les colonnes et l'espace disponible entre les plateaux. Les caractéristiques techniques de la presse SE50S utilisée dans cette étude sont montrées au tableau 2.1.

Tableau 2.1 - Caractéristiques techniques de la presse SE50S

Force maximale de fermeture	50 tonnes (500 kN)
Capacité maximale d'injection	84 cm ³
Pression maximale d'injection	130 MPa
Force maximale d'éjection	2.2 kN
Distance entre les colonnes	310 × 310 mm
Espace pour le moule	Min. 160 mm
	Max 350 mm

2.1.1.1 Force de fermeture de la presse

On sait que la force maximale de fermeture limite en particulier la surface projetée de la pièce (notes du cours MEC8903) [22].

$$F_f = 1.1F_v$$

F_f = force de fermeture de la presse

F_v = force de verrouillage

$$F_v = P_c \cdot S_p$$

P_c = pression dans la cavité

S_p = surface projetée

Pour une épaisseur moyenne de 2.3 mm, la force de verrouillage nécessaire pour conserver l'étanchéité est trouvée de façon empirique. Elle est de 0.031-0.047 kN/mm² de la surface projetée. Donc F_f est comprise entre (0.0341 S_p et 0.0517 S_p) kN. D'autre part, notre presse d'injection a une force de fermeture de $F_f = 500$ kN, ceci implique que $F_v = 454.54$ kN. Alors la surface projetée S_p correspondante est comprise entre 9791.98 mm² et 13329.7 mm².

Pour deux inserts, la surface doit être divisée par deux, donc comprise entre 4895.99 mm² et 6564.85 mm². On a mesuré la surface projetée des cavités rectangulaires d'inserts qui ont été déjà utilisés dans d'autres travaux, la surface était de 4355 mm² pour chaque insert. Cette valeur est bien plus faible que notre surface requise. Alors, pour faciliter la fabrication de l'insert et éviter des complications au niveau des tiges d'éjection, on a décidé de garder les mêmes dimensions que l'ancien insert sauf la

profondeur de la cavité et la forme du seuil qu'on a décidé de modifier pour répondre à notre objectif.

Les dimensions des anciennes cavités sont :

longueur : $l = 114.3 \text{ mm (4.5'')}$;

largeur : $L = 38.1 \text{ mm (1.5'')}$;

profondeur $t = 2 \text{ et } 3 \text{ mm (0.039'' et 0.118'')}$.

2.1.1.2 Capacité de la presse

Au début de l'étude, l'épaisseur de la pièce a été prise comme paramètre variable, alors trois profondeurs de la cavité ont été considérées, 1, 2 et 3 mm. Au cours des expériences, il s'est avéré qu'il était difficile d'investiguer les 3 cas, alors uniquement la cavité de 1 mm a été considérée. Pour une cavité de $1 \times 114.3 \times 38.1 \text{ mm}^3$, les canaux d'alimentation et la carotte du moule, le volume maximal de la pièce est de 8862 mm^3 alors que la capacité maximale de la presse est de $84\,000 \text{ mm}^3$. En conclusion, la capacité de la presse est largement suffisante.

Considérons maintenant la condition de la moulée de la presse : $20 \% < V_m < 70 \%$.

Cette condition est bien remplie par rapport à la limite maximale, c'est-à-dire car $8862 \text{ mm}^3 < (0.7 \times 84\,000 = 58\,800 \text{ mm}^3)$. Par rapport à la limite minimale, on a par contre $(8862 \text{ mm}^3 < 0.2 \times 84\,000 = 16\,800 \text{ mm}^3)$. Il faut installer un deuxième insert de 1 mm de profondeur au moins pour répondre à cette condition. Or, comme on n'avait pas un autre insert d'un mm de profondeur, l'utilisation de celui de 2 ou 3 mm ne répond pas à nos objectifs en particulier. En effet, deux cavités de profondeurs différentes ne se remplissent pas simultanément à cause de la différence de volume et des pertes de charge différentes. Ceci empêche donc de contrôler les paramètres de moulage, en particulier la vitesse d'injection. On s'est contenté de mouler à l'aide de l'insert de un millimètre et contrôler les paramètres de moulage même si la matière séjourne un peu plus longtemps dans le fourreau lors du moulage.

2.1.2 Considérations relatives aux moules disponibles

Les moules actuellement en service possèdent deux cavités rectangulaires verticales côté mobile. Dans ces cavités, on peut installer des inserts pour fabriquer : des plaques simples, des éprouvettes de traction, des échantillons d'impact et autres. La partie fixe du moule quant à elle ne reçoit aucun insert, on ne trouve que la moitié des canaux d'alimentation. La cavité prévue pour le moulage doit donc se situer en entier dans la partie mobile. L'arrivée de la matière se fait par le centre du moule et va alimenter les deux cavités. L'alimentation peut se faire du côté latéral ou transversal de la pièce. Pour

le système de refroidissement, les deux parties du moule sont munies de canaux de refroidissement pour contrôler la température du moule. Cette alimentation est assurée à l'aide d'un régulateur de température. Ce dernier peut être utilisé pour contrôler indépendamment la température de chaque partie du moule. Aussi, il est possible d'inverser le sens de circulation de l'eau en permutant le branchement de la tuyauterie à la rentrée et à la sortie. Il est aussi possible d'utiliser l'une ou l'autre des deux cavités, il suffit juste de bloquer, à l'aide d'un insert plein, les canaux d'alimentation gauches ou droits de la cavité. Il est généralement déconseillé de faire travailler seulement la moitié du moule, mais si on veut contrôler correctement les paramètres de moulage, il est impératif de procéder ainsi.

2.2 Conception de l'insert

Le matériau choisi pour la fabrication de l'insert est un acier P-20. Ce choix est justifié par les caractéristiques mécaniques et thermiques intéressantes qu'offre ce matériau, notamment dans le cas des cavités à poli miroir.

Des canaux de refroidissement ont été prévus pour assurer le contrôle de la température du moule. L'eau rentre latéralement, circule longitudinalement et en sort de nouveau latéralement. Les plans de définition de l'insert ont été produits à l'aide d'AutoCAD version 2000 et sont montrés en détail à l'annexe A.1.

Les dimensionnements du seuil ont été calculés en fonction de la profondeur de la cavité.

$$h = 0.7 nt$$

$n = 0.7$ pour des matériaux type PP

$t = 1 \text{ mm}$

Pour une profondeur de 1 m, $h = 0.7 \times 0.7 \times 1$.

La profondeur du seuil est de $h = 0.49 \text{ mm}$.

Le canal de distribution a été prévu juste avant le seuil, celui-ci permet une alimentation uniforme le long du seuil.

En résumé, la géométrie et les dimensions de l'insert sont les mêmes que celles des inserts disponibles sauf au niveau du seuil et l'état de surface de la cavité. On a donc opté pour un seuil en film redimensionné et une surface de la cavité polie miroir. L'insert après la fabrication est illustré dans la photo de la figure 2.1. Les tiges d'éjection sont achetées et coupées pour correspondre à la profondeur de la cavité. Le plan et les caractéristiques métallurgiques de ces tiges sont montrés à l'annexe A.2.

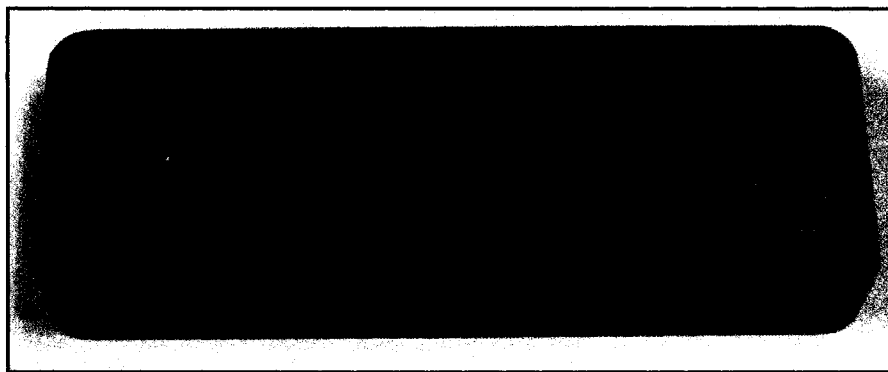


Figure 2.1 - Insert fabriqué,

2.3 Polymère utilisé

Le polymère utilisé pour fabriquer les échantillons est un TPO connu sous le nom commercial Flexathène TP 4308-HR. Ce matériau est un grade destiné pour les applications d'injection, plus particulièrement des pièces ayant une bonne flexibilité et une excellente résistance à l'impact à basse température. Le grade du TPO utilisé est spécialement conçu pour fabriquer des pièces qui reçoivent une couche de peinture. Le produit a été fourni par la compagnie 'EQUISTAR CHEMICALS'. La composition chimique de ce polymère est la suivante : (61 % en poids) de PP, (33 % en poids) de l'EPR et de (6 % en poids) de LLDPE. Les caractéristiques physiques et rhéologiques sont montrées au tableau 2.2.

Tableau 2.2 - Propriétés physiques et rhéologiques du TP 4308-HR

Caractéristique	Valeur nominale	Unité	Méthode ASTM
Indice d'écoulement à chaud à 230°C	9.5	g/10 min	D 1238
Densité à 23°C	0.895	g/cc	D 1505
Module de flexion	569	MPa	D 790B
Test d'impact Izod entaille 23°C	No Break		D 256
Test d'impact sans entaille à -18°C	No Break		D 4812
Limite d'écoulement	15.8	MPa	D 638
Élongation jusqu'à écoulement	13	%	D 638
Température de déflexion à 66 psi	64	°C	D 648
Température minimale de fragilisation, non entaillé	-46	°C	D 746

Des caractéristiques utiles dans les applications de l'industrie automobile sont résumées au tableau 2.3.

Tableau 2.3 - Données du TP 4308-HR

Propriété	Valeur nominale	Unité	Méthode du test
Impact multi-axiale (23°C, 2.2m/s) Énergie à la charge maximale Mode de rupture	15.5 Ductile	J J	ASTM D 3763
Impact multi-axiale (-40°C, 2.2m/s) Énergie à la charge maximale Mode de rupture	26 Ductile	J J	ASTM D 3763
Coefficient thermique d'expansion linéaire	9.9×10EXP-6	mm/mm/°C	ASTM E 831
Retrait dans le moule 24 h après le moulage 1 h à 121°C	1.36 – 1.64 1.63 – 1.93	% %	ISO 294-4
Paintability			GM4388M

Des courbes caractéristiques de DSC et de TGA des annexes A.3 et A.4 ont été fournies par 'EQUISTAR CHEMICALS'. Les valeurs des différentes températures de fusion, de dégradation du matériau ainsi que l'enthalpie totale de fusion sont montrées au tableau A.4.1 de l'annexe A.4.

La quantité de matériau utilisé dans nos manipulations est d'environ 40 kg. Quatre cartons de 25 lb ont été fournis à deux reprises par la compagnie. Deux cartons et demi ont servi pour des tests d'essai et de familiarisation sur la machine, le reste a servi pour

fabriquer les échantillons. Les informations relatives à la composition chimique du matériau et les recommandations concernant son utilisation telles que la température de moulage et celle des moules ont aussi été fournies par la compagnie.

2.4 Fabrication des échantillons

Comme il a été introduit, trois paramètres de moulage ont été considérés dans cette étude, P_{maint} , la pression de maintien, qu'il faut appliquer à la fin du remplissage jusqu'au figeage du matériau au seuil de la cavité, V_{inj} , la vitesse d'injection et enfin T_{mat} , la température de la matière à laquelle est maintenue le TPO dans le fourreau. Il était question de trouver une plage d'expérimentation relative à ces trois paramètres pour déterminer l'effet de chacun sur la distorsion et la déformation des pièces.

2.4.1 Détermination du domaine de moulage et réglage de la machine

Sur le plan pratique, trouver une telle plage revient à configurer la presse par rapport :

- 1) aux dimensions de la pièce en cherchant :
 - la moulée correspondante ou la course de la vis C_p ;
 - la position de changement de vitesse (paliers de vitesses) P_{v-v} ;
 - la position de transfert (vitesse - pression) P_{v-p} ;
 - l'épaisseur du coussin de matière à la fin de maintien C_m ;

2) aux paramètres de moulage :

- température de la matière T_{mat} ;
- pression de maintien P_{maint} ;
- vitesse d'injection V_{inj} ;
- température du moule T_{moule} ;
- force de fermeture de la presse F_f ;
- temps de maintien t_{maint} ;
- temps de refroidissement de la pièce t_f ;

3) ouverture et fermeture du moule :

- positions et vitesses de fermeture et de verrouillage du moule;
- positions et vitesses d'ouverture du moule;
- positions et vitesses d'éjection.

Dans nos manipulations, on a procédé par essai et erreur pour configurer certains paramètres de la machine et, par la suite, on est allé déterminer les plages des paramètres de moulage. L'interaction de certains paramètres de la machine avec ceux de moulage, exemple la position de transfert P_{v-p} et la pression de maintien ou la position P_{v-v} avec la vitesse d'injection, a rendu la tâche très ardue. Alors, on a commencé par fixer les paramètres qui n'interagissent pas entre eux puis on a passé aux autres.

La méthodologie suivie pour déterminer le domaine des paramètres variables ainsi que les paramètres fixes de la presse est expliquée à l'annexe A.11.

Dans les tableaux 2.4 et 2.5 sont résumées respectivement les plages des paramètres d'injection variables et des paramètres de la presse à injection qui sont maintenues constantes.

Tableau 2.4 - Plages de variation des paramètres de moulage

Paramètres variables	Valeur minimale	Valeur centrale	Valeur maximale
Température de matière en (°C)	210	220	230
Pression de maintien en (MPa)	10	45	70
Vitesse d'injection en (mm/s)	50	80	110

Tableau 2.5 - Paramètres fixes de moulage de la machine

Paramètre de configuration de la presse	Symbole	Valeur
Course de piston en (mm)	C_p	28.5
Temps de maintien en (s)	T_{maint}	35
Temps de refroidissement en (s)	t_f	15
Température du moule en (°C)	T_{moule}	25°C
Vitesse d'injection sur le deuxième palier en (mm/s)	V_2	5
Pression d'injection consigne en (MPa)	P_{cons}	120
Coussin de matériau en (mm)	C_m	1.5 - 3
Position de transfert V – P en (mm)	P_{v-p}	3
Position de passage de V_1 à V_2 P_{v-p}	P_{v-v}	6

Plan de moulage

Pour pouvoir répondre aux besoins des tests de traitement thermique et de peinture, 20 pièces pour chaque condition de moulage ont été moulées. Le plan suivi dans cette opération est montré à la figure 2.2.

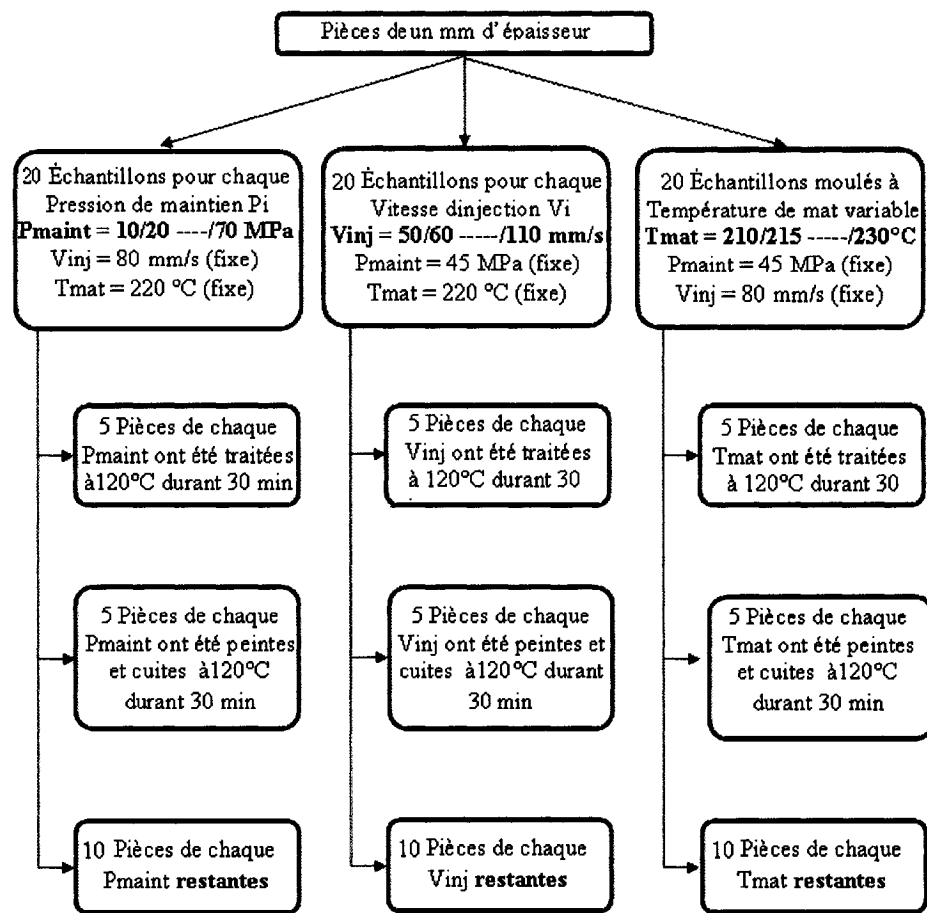


Figure 2.2 - Plan de moulage suivi et nombre de pièces moulées.

2.4.2 Traitement thermique des pièces injectées non peintes

Dans un premier temps, 5 pièces de chaque condition de moulage (pression de maintien, vitesse d'injection et température de matière) ont été suspendues à l'aide de crochets et placées dans un four électrique conventionnel. La température a été réglée à 120°C. Un thermocouple a été placé tout près des pièces pour contrôler la variation de la température. Le four utilisé est bien ventilé pour éviter les différences de température d'un endroit à un autre. Le temps de traitement thermique des pièces est de 30 minutes. À l'ouverture du four, la température à l'intérieur chute subitement jusqu'à 90°C; puis après la fermeture de la porte, la température n'atteint 120°C qu'après 5 minutes. Après l'écoulement du temps de traitement, les pièces sont retirées et refroidies lentement à la température ambiante du laboratoire qui est de 24°C. Les pièces sont par la suite replacées soigneusement dans la petite boîte et stockées de nouveau au congélateur.

2.5 Application de la peinture sur les échantillons

2.5.1 Peinture et équipements

La peinture, le vernis et le promoteur d'adhésion ont tous été fournis par le représentant de Dupont chez DATRAN. Un litre de chaque produit a été suffisant pour nos manipulations. On rappelle qu'aucun activateur n'est à ajouter à la peinture ou au vernis, ces deux produits réagissent spontanément lorsqu'ils atteignent une température de

120°C. Ce genre de peinture appartient au système 1K. Durant nos manipulations, on a pu laisser les produits dans leurs pistolets jusqu'à épuisement sans risque de solidification. Les noms commerciaux de la peinture, du vernis et du promoteur d'adhésion sont respectivement (87AX7975, RKAX8154 et 764X6209). Des produits détergents recommandés par Dupont pour nettoyer les pièces plastiques (Plas – stick 2319STM) et les pistolets à peindre ont été achetés chez un détaillant de produits de peinture.

Deux types de pistolets de peinture ont été utilisés pour peindre nos échantillons. Le premier étant à alimentation par gravité et le deuxième type de pistolet est à alimentation par succion. Dans nos manipulations, le premier a été utilisé pour la peinture et le vernis, le deuxième type a été utilisé pour vaporiser le promoteur d'adhésion. Les autres spécifications du pistolet à peindre telles que le diamètre de la buse, capacité du godet, pression maximale et minimale de l'air ainsi que le réglage du jet ont été prises en considération. On a dû suivre les recommandations du représentant de la compagnie Dupont chez DATRAN qui nous a fourni la peinture et qui nous a assistés dans le procédé de peinture.

Toutes les spécifications des deux pistolets sont montrées au tableau 2.6.

Tableau 2.6 - Caractéristiques des pistolets à peinture

Marque	CAMPBELL HAUSFELD	EXCELL
Modèle	DH 7800	ES2-1
mm ³ /min exigé à 276 KPa	0.24 continu	
Taille de la buse	1.4 mm	1.6 mm
Vitesse de débit du fluide	Moyenne - rapide	
Alimentation	Gravité	Succion
Type de mélange	Externe	Externe
Type de purge	Non – purgeur	Non – purgeur
Pression d’air d’arrivée normale	276KPa – 345 KPa	50 psi
Pression d’air d’arrivée maximale	552 KPa	60 psi

2.5.2 Procédé

Les pièces ont été tout d’abord alignées et fixées l’une à côté de l’autre sur un support en carton comme montré à la figure 2.3. La fixation est assurée à l’aide d’une bande adhésive qui maintient la partie supérieure et inférieure des pièces au carton. Cette fixation empêche le décollement des pièces sous l’effet du jet de peinture. Une fois placées, les pièces ont été nettoyées soigneusement à l’aide d’un chiffon imbibé d’un produit détergent (Plas – stick 2319STM) prévu pour cette fin. Cette opération permet de débarrasser la pièce de la matière grasse et des poussières qui viennent s’y déposer. Par

la suite, une infime couche de promoteur d'adhésion a été déposée sur la surface polie de toutes les pièces d'une façon homogène. La couche de promoteur d'adhésion nécessaire suffit juste pour colorer la face de la pièce, tout excès de cette couche se manifeste généralement par un ruissellement à la surface de la pièce. Une fois la couche de promoteur d'adhésion déposée, les pièces sont séchées sous la hotte durant 5 minutes, ce temps est nécessaire pour évaporer le solvant contenu dans le promoteur d'adhésion. Par la suite, une première couche de peinture de base a été appliquée de la même manière. En raison de la longueur de la pièce, deux jets successifs sont appliqués, le premier étant pour la partie supérieure de la pièce et le deuxième pour la partie inférieure. Les pièces sont ensuite séchées durant 5 minutes pour évaporer le solvant de la peinture. De nouveau et de la même façon, une deuxième couche est appliquée sur les pièces avant d'appliquer le vernis. Deux couches de ce dernier sont appliquées d'une manière homogène, un temps de flash de 5 minutes entre les deux a permis de bien évaporer le solvant contenu dans le vernis.

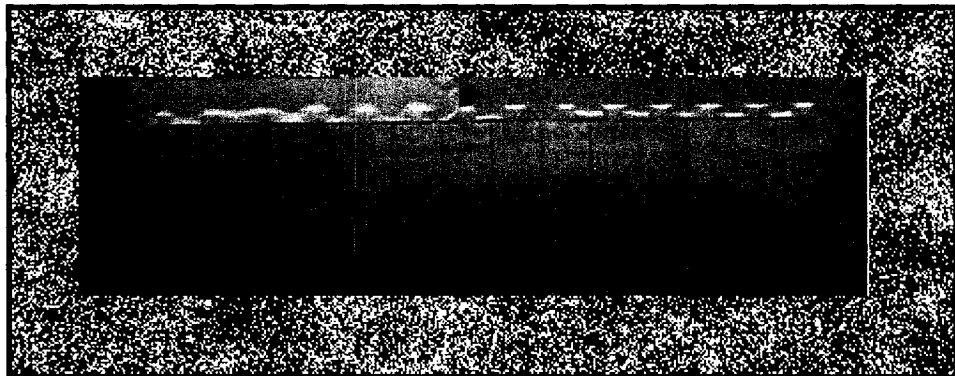


Figure 2.3 - Support de fixation des pièces.

2.5.3 Plan de peinture

Dû au grand nombre de pièces à peindre, un plan en 3 étapes a été prévu, les figures 2.4, 2.5 et 2.6 présentent l'ordre dans lequel l'ensemble des 95 pièces à peindre a été exécuté.

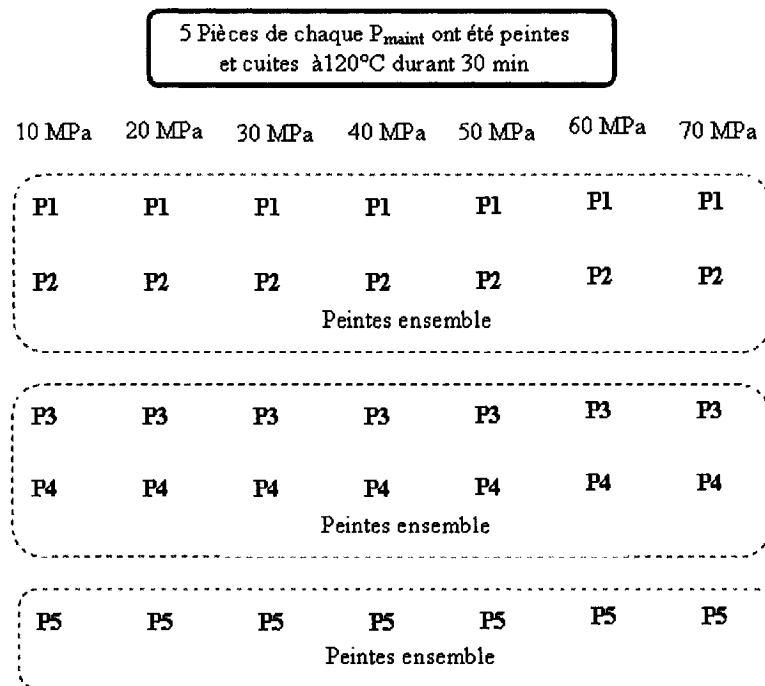


Figure 2.4 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque pression de maintien.

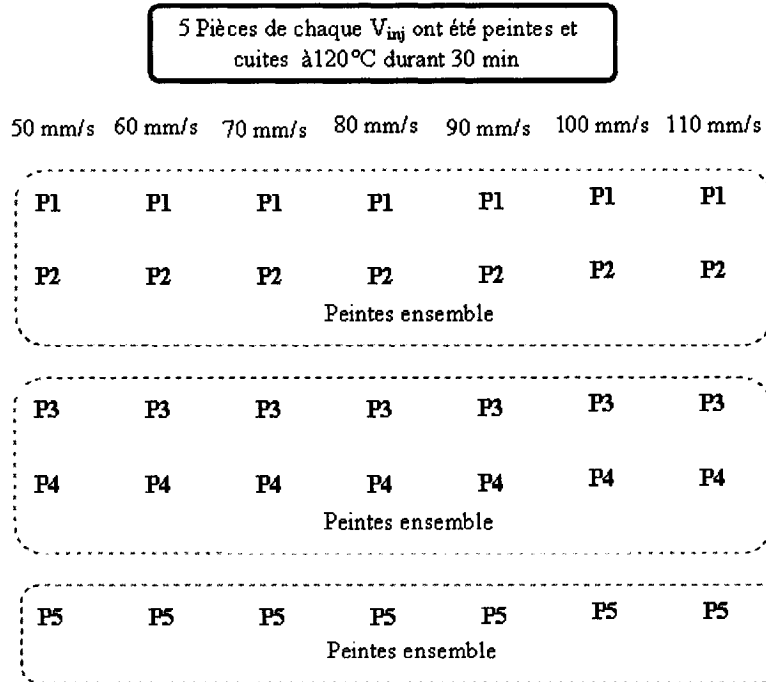


Figure 2.5 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque vitesse d'injection.

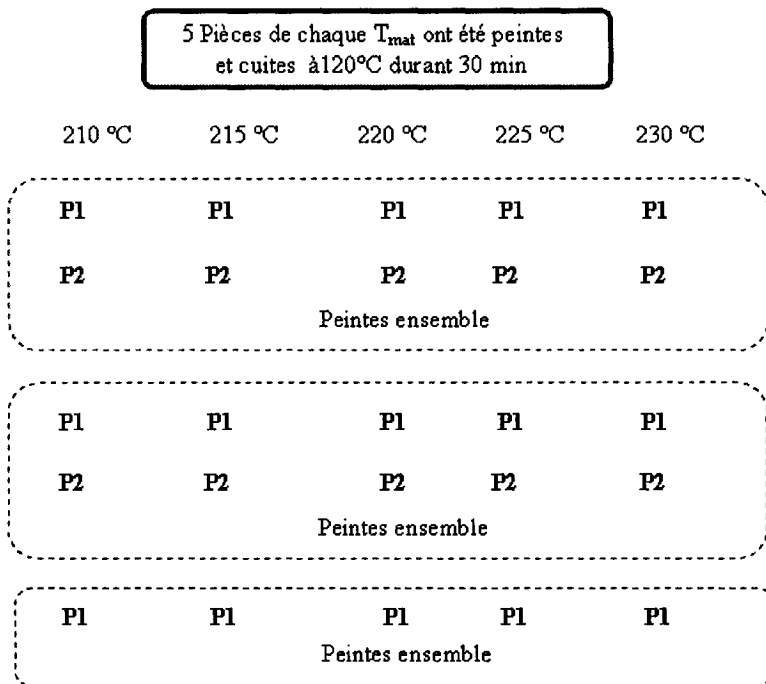


Figure 2.6 - Plan de peinture des 5 pièces pour chaque température de matière.

2.5.4 Cuisson des pièces peintes dans le four

Cette étape finale dans le processus de peinture est effectuée avec une grande précaution. L'arrachement des pièces peintes fixées sur un support à l'aide d'une bande adhésive risque d'introduire des déformations dans les pièces ou d'endommager la couche de peinture pas entièrement sèche. Les pièces sont par la suite suspendues à l'aide de crochets métalliques qui peuvent tourner librement autour d'un axe. De cette manière, les pièces peuvent bouger librement au lieu de fléchir sous l'effet de la ventilation du four. Les pièces sont placées dans un four durant une période de 30 minutes; après, elles sont retirées et refroidies à la température ambiante du laboratoire, soit 24°C. À la fin, elles sont stockées dans un congélateur à une température de -50°C.

2.6 Mesure de la déformation à l'aide d'un profilomètre à laser

2.6.1 Description de l'instrument

L'instrument utilisé pour mesurer la déformation des pièces est un profilomètre de marque OGP (Optical Gaging Products). Deux outils de mesure tridimensionnelle sont disponibles, le premier étant un palpeur de contact et le deuxième un faisceau laser à réflexion. Les mesures dans notre cas ont été effectuées par ce dernier. En effet, la pièce est placée sur une table ayant deux degrés de liberté (directions X et Y). L'émetteur

laser est entraîné verticalement à l'aide d'un support télescopique qui s'ajuste automatiquement au profil de la pièce au fur et à mesure que le balayage s'effectue. Le déplacement vertical du support de laser prend en considération l'historique des points environnants. Un faisceau laser incident faisant 35° par rapport à la verticale est envoyé à l'aide d'un émetteur et est réfléchi par la surface de la pièce vers un capteur laser qui fait 35° par rapport à la verticale en opposé de l'émetteur (voir photo de la figure 2.7).

L'instrument est aussi doté d'une caméra vidéo qui permet de visualiser une zone de la surface de la pièce. Elle permet aussi de zoomer la zone en question une quinzaine de fois. Ainsi, on peut voir clairement les limites de la pièce et fixer des points limitant le champ de balayage avec une grande précision. Le résultat du balayage est la coordonnée z du point de la surface exposée au laser. Le fonctionnement du profilomètre est contrôlé par un système d'exploitation qui permet de gérer l'instrument et visualiser les surfaces balayées. La machine est calibrée et les dimensions mesurées doivent correspondre à celles fournies par le fabricant à une plage de tolérance près. Le diamètre et les tolérances sont montrés au tableau 2.7.

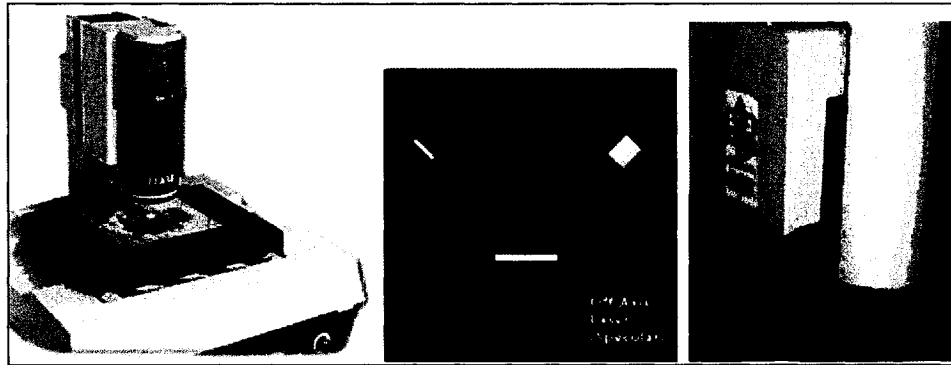


Figure 2.7 - Profilographe laser.

Tableau 2.7 - Dimension et tolérances de la sphère étalon

Diamètre de la sphère étalon en (mm)	20,0018
Erreur absolue en (mm)	0,00063
Tolérance minimale en (mm)	19,9388
Tolérance maximale en (mm)	20,0648

2.6.2 Choix du champ de balayage et du trajet du faisceau laser

Pour des raisons pratiques, l'origine $(X,Y) = (0,0)$ a été choisie à 2 mm selon X et Y du coin bas gauche de la pièce à la figure 2.8, la coordonnée $Z = 0$ a été prise à la surface supérieure de la pièce en utilisant la focalisation automatique de la caméra vidéo. L'alignement de la pièce est assuré par une équerre métallique qui a été bien fixée parallèlement à l'un des deux côtés de la table.

Le champ de balayage a été déterminé préalablement par le choix de trois points fictifs sur la pièce. En choisissant un pas de 1 mm dans la direction X et Y, le nombre de points de mesure est de 3740. Un tel nombre est largement suffisant pour représenter le plus réellement possible la surface de la pièce. La vitesse de déplacement de la table dans le sens horizontal et transversal est choisie de telle sorte que la pièce ne risque pas de bouger lors du déplacement. Le trajet parcouru par le faisceau lors du balayage est montré à la figure 2.8. Au cours du balayage, le faisceau laser est focalisé pour chaque point, cette option permet au faisceau laser de rester dans la bande requise permettant ainsi la détection de la coordonnée Z avec la précision désirée. La routine de balayage qui effectue les tâches suivantes : focalisation initiale vidéo, recherche des trois points limitant le champ de balayage, trajet de faisceau laser et finalement le retour au point de départ $(X,Y) = (0,0)$ a été programmée. Il suffit donc de placer la pièce sur l'une de ses faces au coin intérieur de l'équerre et d'exécuter le programme. Les mesures sont transmises dans un fichier en format .Dat puis traitées par le logiciel de visualisation Tecplot.

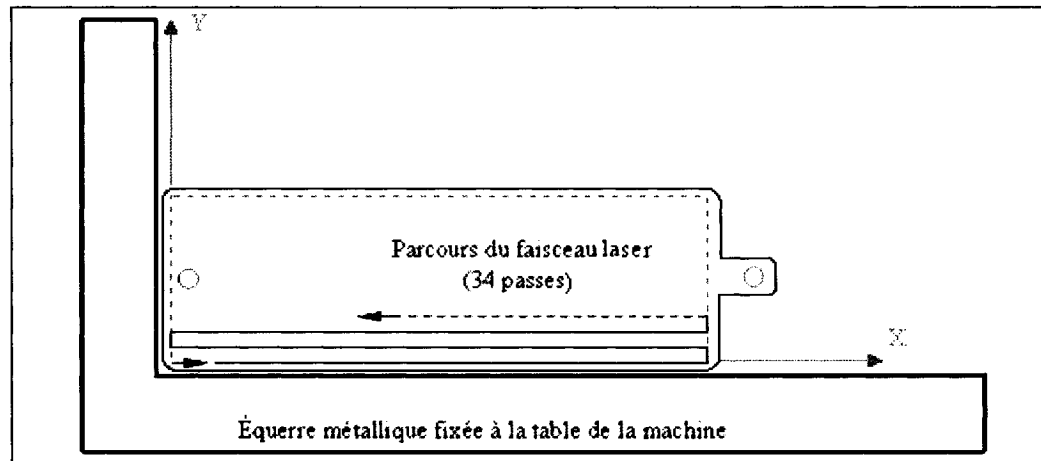


Figure 2.8 - Champ de balayage et parcours du faisceau laser.

2.7 Caractérisation du TPO

L'objectif principal de ce travail est d'utiliser des techniques de caractérisation très bien connues pour déterminer le comportement du matériau avant et après traitement. Les trois techniques qui ont été choisies pour investiguer le matériau sont : la technique de la DSC, de PVT et celle des tests de traction mécanique. La technique de la DSC permet d'investiguer le phénomène de la recristallisation du matériau lors du traitement. Des balayages de chauffage et de refroidissement contrôlés mettent en évidence les pics de fusion et de cristallisation des différents composants du TPO ainsi que l'évolution des formes des pics et de l'enthalpie totale du matériau. La technique de PVT quant à elle permet de comprendre l'évolution du volume spécifique du matériau et d'évaluer le taux de changement de la densité en appliquant une isotherme durant une période de temps et

sous une pression constante. La technique des tests de traction mécanique sera appliquée sur des éprouvettes telles qu'injectées et des éprouvettes injectées et traitées. Ces tests vont nous permettre de comprendre l'évolution des performances du matériau après avoir subi un traitement. À la fin, la vérification et la concordance seront faites pour donner une explication aux effets de traitement thermique sur le TPO.

2.7.1 Technique de la DSC

Les tests de DSC qui ont été effectués sur le matériau se divisent en deux principaux groupes. Le premier groupe comprend les tests effectués sur le matériau à l'état brut (sous forme de granules). Dans ce cas, tous les échantillons ont été traités dans le four de la DSC. Le deuxième groupe comprend les tests effectués sur des échantillons pris de pièces moulées. Dans ce cas, les échantillons ont été traités dans un four conventionnel. Trois paramètres différents ont été pris en considération dans ces tests, le temps et la température de traitement et l'endroit de prélèvement de l'échantillon. L'organigramme de la figure 2.9 montre les différents cas étudiés.

En parallèle, des tests similaires à ceux du TPO brut ont été effectués sur le polypropylène brut. L'objectif de ces tests est d'étudier l'effet du traitement thermique sur le PP comme étant une fraction importante dans le TPO (60 % en masse dans le TPO). Le cas du PP moulé n'a pas été étudié.

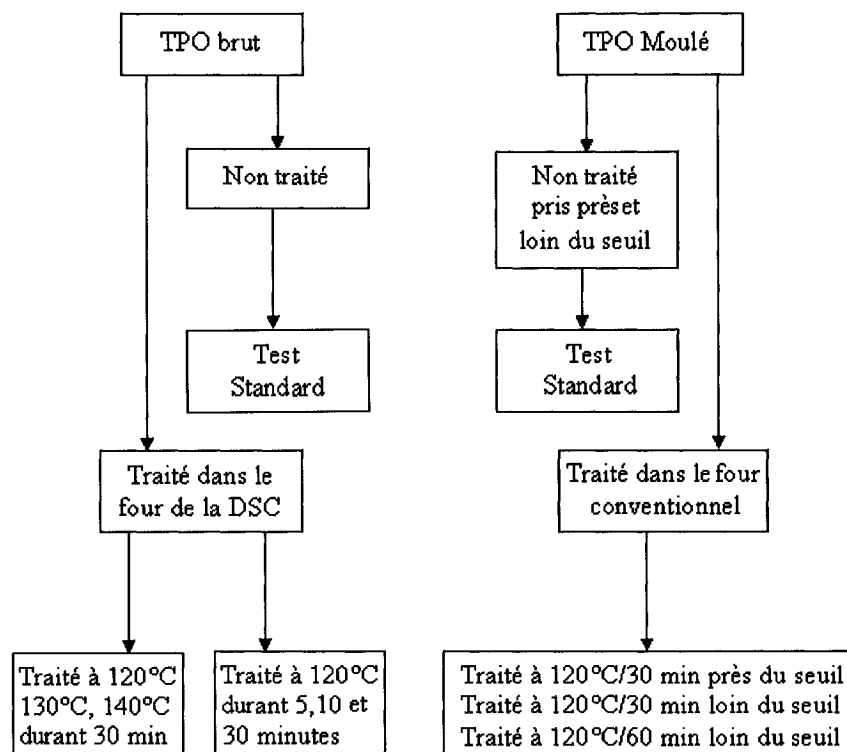


Figure 2.9 - Différents cas étudiés par la technique de la DSC.

2.7.1.1 Plan d'échantillonnage

Des échantillons ayant une masse comprise entre 5 et 9 mg ont été coupés à partir des granules de TPO ou de pièces moulées traitées et non traitées. Dans ce dernier cas, les échantillons ont été coupés à travers toute l'épaisseur de la plaque. Les endroits de prélèvement des échantillons sont montrés à la figure 2.10.

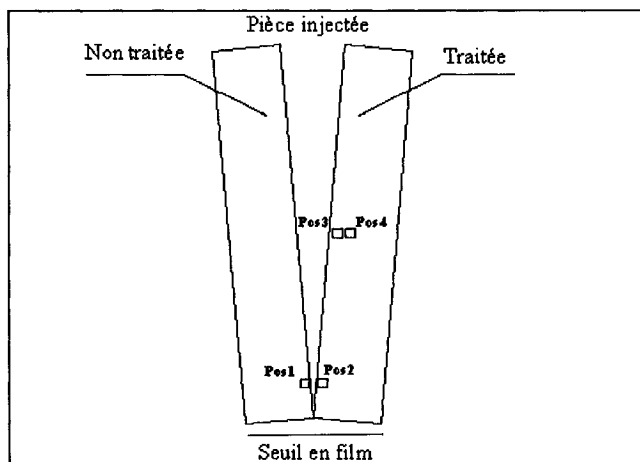


Figure 2.10 - Pièce en TPO montrant les endroits où étaient coupés les échantillons.

Les tests de DSC ont été effectués sur un appareil DSC Perkin Elmer. La vérification de la calibration de la machine a été faite avant chaque journée de manipulations. Si nécessaire, la machine est recalibrée avec de l'indium.

2.7.1.2 Simulation du traitement thermique dans la DSC

La simulation du traitement thermique dans la DSC est basée sur le principe suivant : un premier test standard est effectué sur un échantillon en chauffant ce dernier de 30°C jusqu'à 210°C à une vitesse de 10°C/min, maintenu à cette température pendant 5 minutes puis refroidit jusqu'à 30°C à une vitesse de 20°C/min. Ce premier test permet d'effacer l'histoire thermomécanique de l'échantillon. Ensuite, le traitement thermique est simulé dans la DSC en chauffant l'échantillon de 30°C jusqu'à 120°C à une vitesse de 10°C/min, le maintenant à cette température durant la période de temps désiré et

finalement le refroidissant jusqu'à la température initiale à une vitesse de 20°C/min. Après le traitement thermique, un deuxième test standard similaire au premier est effectué sur le même échantillon. L'effet du traitement thermique est par conséquent la différence dans la forme de la courbe de DSC et l'enthalpie totale de fusion entre le premier et le deuxième test standard. Le principe est schématisé à la figure 2.11.

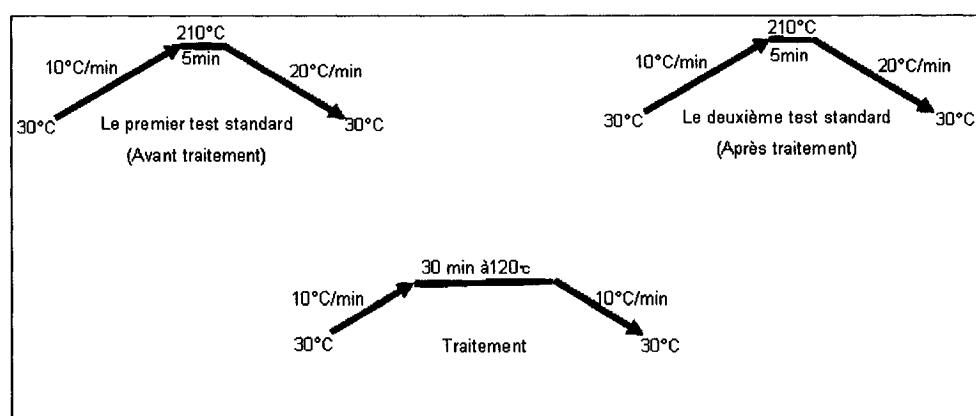


Figure 2.11 - Principe de simulation du traitement thermique dans le four de la DSC.

2.7.2 Technique de PVT

Dans d'autres tests, la densité du TPO a été investiguée pendant une isotherme en utilisant une machine PVT à ultrasons de la figure 2.12. Un échantillon d'une masse connue est confiné dans un cylindre ayant un diamètre de 32 mm et comprimé à l'aide d'un piston. Le déplacement de ce dernier en fonction des changements de la densité du

matériau enregistre l'évolution en fonction du temps du volume spécifique ou de la densité durant le temps de traitement.

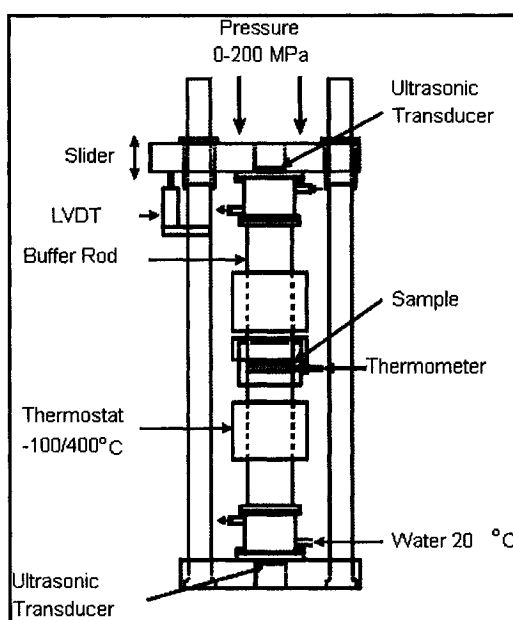


Figure 2.12 - Montage de la machine PVT à ultrason.

Le programme de température montré à la figure 2.13 a été appliqué sur le TPO vierge. En premier lieu, le TPO sous forme de granule est fondu par chauffage jusqu'à la température de 210°C, puis maintenu durant 10 minutes sous une pression de 100 bars pour faire échapper les bulles d'air du matériau fondu. Par la suite, le matériau est refroidi à 5°C/min jusqu'à 30°C et maintenu durant deux minutes à cette température; puis chauffé de nouveau jusqu'à 120°C et maintenu à cette température, puis sous une pression modérée pour 40 minutes.

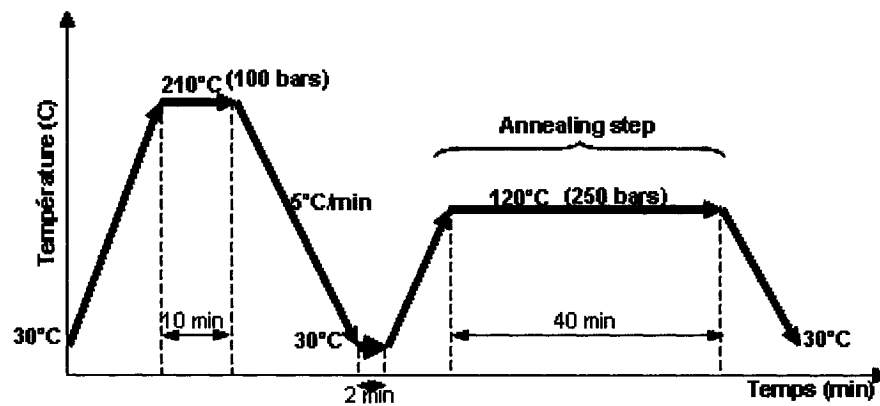


Figure 2.13 - Programme de température imposé à l'échantillon.

2.7.3 Technique des tests de traction

Finalement, des tests de traction mécanique ont été effectués sur des éprouvettes en TPO à l'aide d'une machine de traction Instron S500R selon la norme ASTM D638-99.

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET ANALYSES

Ce chapitre comprend deux parties principales. Dans la première sont présentés tout d'abord les résultats obtenus pour la caractérisation du TPO en utilisant les trois techniques, DSC, PVT et tests de traction. Une discussion de ces résultats est faite à la lumière des travaux précédents et une conclusion sur les conséquences du traitement thermique sur le matériau est tirée. La deuxième partie est consacrée à l'étude de la déformation et la distorsion des plaques en TPO. Une illustration qualitative est tout d'abord faite sur les différents types de déformations et de distorsions qu'ont subi les plaques telles qu'injectées, après avoir subi un traitement à 120°C et après avoir été peintes et avoir subi une cuisson à la même température. Sur le plan quantitatif, des grandeurs jugées utiles relativement à la déformation de la géométrie (volume total de la pièce, volume au-dessous de la pièce, volume inférieur de la pièce, flèche de la pièce et torsion latérale de la pièce) sont tout d'abord définies; après, elles sont évaluées en fonction des trois paramètres de moulage et dans les trois catégories de pièces. Par la suite, une comparaison est faite en fonction des trois paramètres de moulage entre les pièces telles qu'injectées versus celles traitées à 120°C, puis entre ces dernières versus celles après peinture et cuisson dans le four à la même température. Une conclusion relative à l'évolution de la géométrie des pièces est tirée.

3.1 Caractérisation du TPO

3.1.1 Effet du temps de traitement thermique sur le TPO vierge

Pour le TPO vierge, l'histoire thermique du matériau est effacée en le chauffant jusqu'à la température 210°C à 10°C/min puis en maintenant cette température pour 5 min et en le refroidissant jusqu'à 30°C à une vitesse de 20°C/min avant qu'un test standard ne soit effectué. Dans le but de comprendre l'effet du temps, le même échantillon a été soumis à un traitement thermique dans la DSC à 120°C durant 5, 10 et 30 minutes. Chaque traitement thermique a été suivi d'un test standard. Les diagrammes de DSC obtenus sont montrés dans les figures 3.1a, 1b, 1c et 1d respectivement. Les enthalpies totales de fusion correspondantes sont montrées au tableau 3.1. Tous les diagrammes de la figure 3.1 montrent un pic de fusion autour de 120°C correspondant au LLDPE et EPR présents dans le TPO et des pics doubles correspondant au PP autour de 160°C. À partir des résultats, deux observations peuvent être faites : en comparaison avec le TPO non traité (cas a)), le pic correspondant à la fusion du LLDPE et de l'EPR passe d'une forme aplatie à une forme aiguë et l'enthalpie totale de fusion (ΔH) augmente de plus de 5 %. Cette augmentation est une indication de la recristallisation du PP ou du LLDPE (ou des deux en même temps) durant le traitement thermique ; il est fort probable que le LLDPE soit fondu à 120°C pendant le traitement. L'origine du dédoublement du pic de fusion du PP serait due à l'existence de deux entités cristallines différentes du PP, comme il a été montré par Al-Raheil et al. [12] et Zhang et al. [11].

Les résultats montrent aussi qu'il y a une légère augmentation de l'enthalpie de fusion totale du TPO, ΔH . On en conclut que le plus grand changement dans la cristallinité se manifeste durant les premières minutes de traitement.

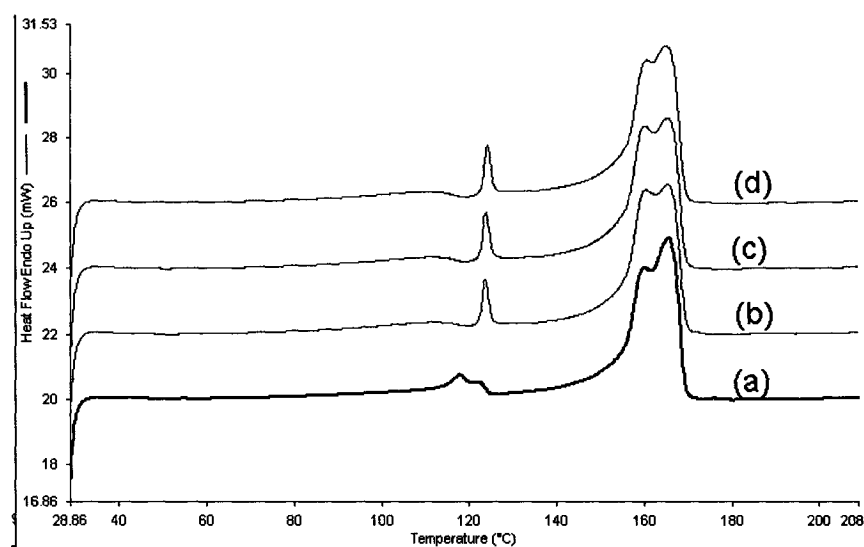


Figure 3.1 - DSC du TPO vierge a) non traité, b) traité 5 min à 120°C, c) 10 min à 120°C, d) 30min a 120°C

Tableau 3.1 - Effet de la température et du temps de traitement pour le TPO et le PP

	TPO Vierge			PP pure		
Temps de traitement (min)	5	10	30	5	10	30
ΔH avant traitement (J/g)	73.0			86.9		
ΔH après traitement (J/g)	77.1	77.9	79.3	88.1	87.9	88.4
Augmentation de ΔH (%)	5.6	6.7	8.6	1.3	1.1	1.7
Taux de changement (min^{-1})	1.12	0.67	0.28	0.26	0.11	0.056
	TPO Vierge			PP pure		
Température de traitement ($^{\circ}\text{C}$)	120	130	140	120	130	140
ΔH avant traitement (J/g)	74.7			86.9		
ΔH après annealing (J/g)	78.5	81.2	79.5	88.5	88.4	89
Augmentation de ΔH (%)	5.1	8.7	6.4	1.8	1.7	2.4

Jusqu'ici, on ignore si ce changement est dû à une composante bien particulière du TPO (PP, EPR ou LLDPE). C'est pour cette raison qu'on a décidé d'étudier le comportement du PP tout seul dans les mêmes conditions de traitement thermique.

Les résultats des tests semblables effectués sur le PP pur sont montrés à la figure 3.2 et au tableau 3.1. Dans le cas du PP pur, seulement un pic de fusion simple a été remarqué et l'effet du traitement thermique sur ΔH est inférieur à 2 %. Pour vérifier la dégradation du matériau, un test standard de chauffage a été effectué, la courbe obtenue est

exactement la même que celle du matériau non traité. De même, les résultats montrent qu'il n'y a presque pas d'effet du temps de traitement. Le plus grand changement dans la cristallinité se manifeste durant les premières minutes de traitement.

Une étude [10] faite sur un polypropylène isotactique, traité à 120°C dans un four durant de courtes et longues périodes de temps, a montré que des variations rapides affectant la cristallinité du matériau, sa densité et la taille des cristaux se manifestent dans les 5 premières minutes de traitement.

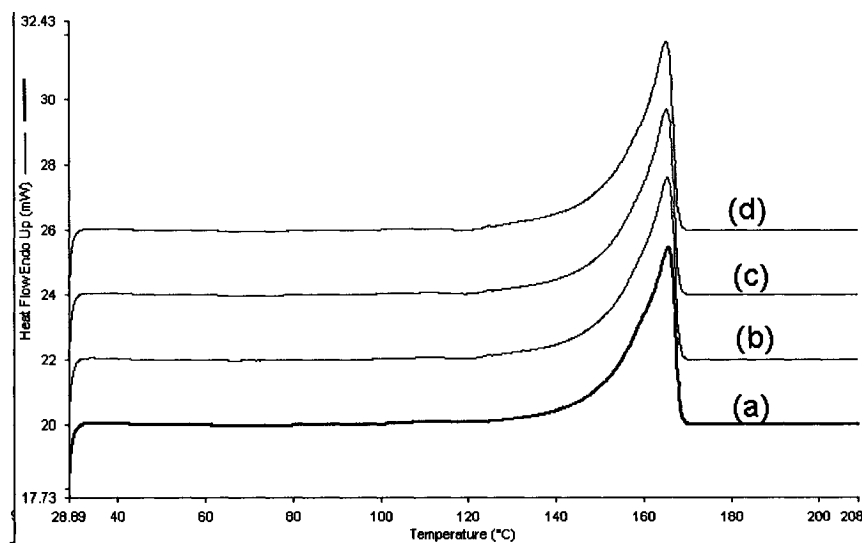


Figure 3.2 - DSC du PP vierge a) non traité, b) traité 5 min à 120°C, c) 10 min à 120°C, d) 30min à 120°C.

3.1.2 Effet de la température de traitement thermique sur le TPO vierge

L'effet de la température de traitement thermique a aussi été investigué sur le TPO vierge en effectuant des tests similaires à des températures de 120°C, 130°C et 140°C durant une période de 30 minutes. Comme précédemment, des tests standard ont été effectués sur le matériau avant et après le balayage. Tous les résultats obtenus sont reportés au tableau 3.1. Comme on peut le constater, l'augmentation en % de ΔH change très peu en fonction du niveau de température de traitement. Elle est de 6.7 %. Par contre, comme on le voit d'ailleurs à la figure 3.3, le pic du LLDPE et l'EPR devient aigu seulement dans le cas du traitement à 120°C. Dans le cas de 130°C et 140°C, il semble s'atténuer. Un épaulement précédant le pic principal de fusion de la matrice PP a été constaté (voir figure 3.3) et qui augmente de taille en fonction du niveau de température de traitement. L'apparition de cet épaulement au-dessus de 120°C pourrait indiquer la fusion de différents types de cristaux qui pourrait prendre naissance durant le traitement à 130°C et 140°C. Les mêmes constatations ont été faites par Zhang [11] qui les a expliqué par le changement dans la structure cristalline.

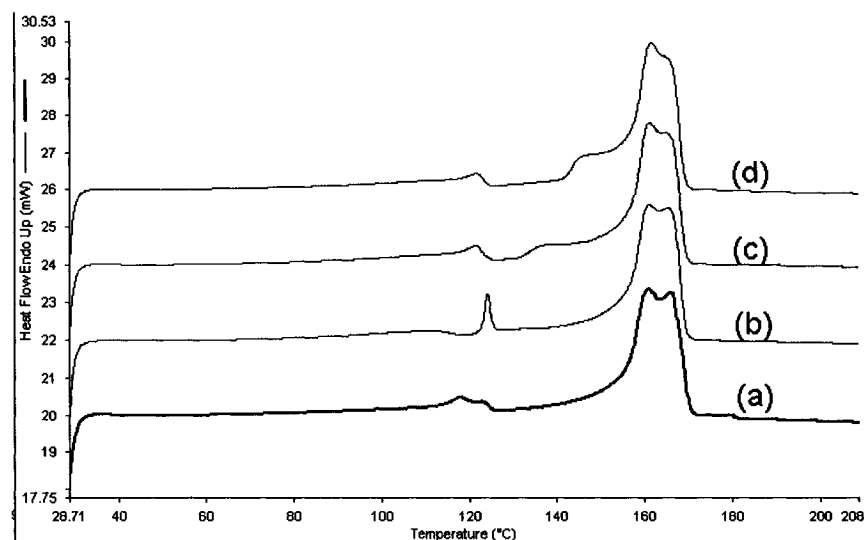


Figure 3.3 - DSC du TPO a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 130°C/30min, d) à 140°C/30min.

Les mêmes tests ont été effectués sur le PP pur, l'augmentation en % de la cristallisation est aussi faible, de l'ordre de 2 %. Pour le pic, un épaulement semblable au cas du TPO a aussi été constaté. Il augmente de taille en fonction du niveau de température de traitement (voir figure 3.4). L'apparition de l'épaulement au-dessus de 120°C pourrait aussi indiquer la fusion des différents types de cristaux qui pourrait prendre naissance durant le traitement à 130°C et 140°C.

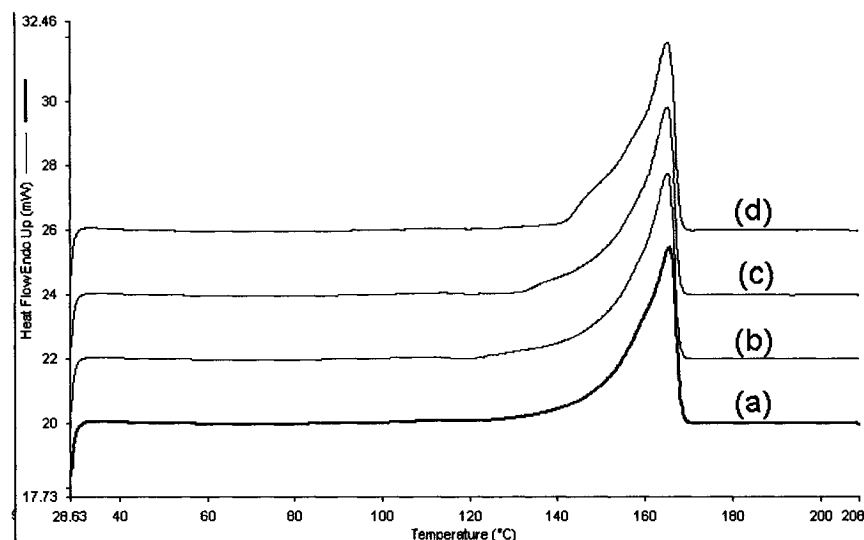


Figure 3.4 - DSC du PP pure a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 130°C/30min, d) à 140°C/30min.

3.1.3 Effet de la position par rapport au seuil dans le cas du TPO moulé

Pour comparer le traitement thermique dans le four de la DSC à celui fait dans un four conventionnel, des tests standard de DSC ont été effectués sur les échantillons a, b, c et d montrés à la figure 2.10. La pièce rectangulaire moulée par injection a été divisée longitudinalement en deux parties égales, seulement la partie de droite a été traitée à 120°C. Comme on peut le voir à la figure 3.5, semblable à ce qu'on a trouvé dans le cas du TPO vierge, la forme du premier pic de fusion a changé d'une forme plate (non traité) à une forme aiguë (après traitement). Par contre, l'augmentation de 19.81 % enregistrée dans l'enthalpie totale de fusion après traitement est de loin plus grande que celle enregistrée dans le cas du TPO vierge (à peu près 6.9 %). Cette différence pourrait

être causée par le fait que la partie gauche qui n'était pas traitée (l'échantillon de la Pos1 à la figure 2.10) avait beaucoup moins de cristaux à cause de la vitesse de refroidissement élevée durant le moulage. D'autre part, l'échantillon adjacent (l'échantillon de la Pos2 à la figure 2.10) avait suffisamment de temps pour cristalliser durant le test de traitement (30 min à 120°C).

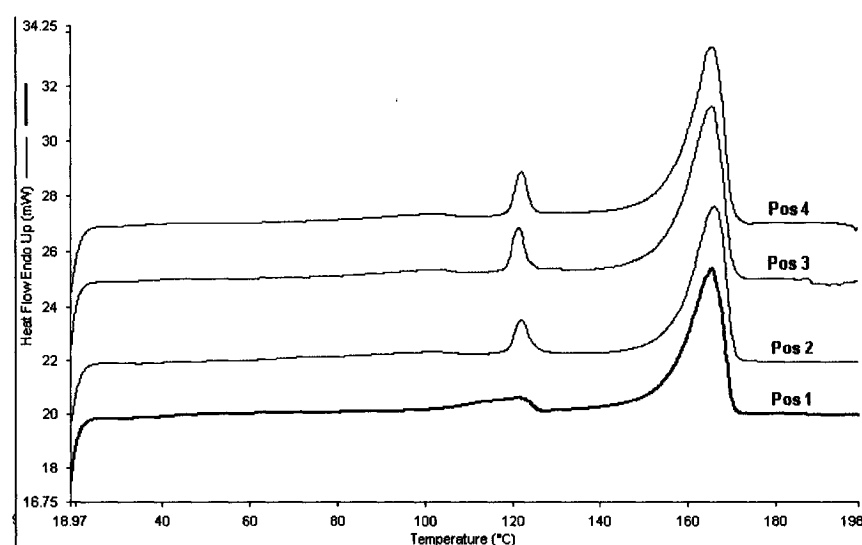


Figure 3.5 - DSC du TPO. a) non traité, b) traité à 120°C /30min, c) à 120°C/30min, d) à 120°C/60min.

3.1.4 Effet du temps de traitement thermique dans le cas du TPO moulé

Maintenant, deux tests standard ont été effectués sur les échantillons de la Pos3 et de la Pos4 à la figure 2.10, les échantillons sont traités durant 30 et 60 minutes respectivement. La figure 3.5 montre que les deux courbes Pos3 et Pos4 ont la même

forme et ont pratiquement la même enthalpie totale de fusion. Ceci veut dire qu'il n'y a eu aucune évolution de la structure du matériau après 30 minutes de traitement. Ce résultat pourrait expliquer l'observation faite durant cette étude que les plaques moulées puis traitées dans un four conventionnel subissent la déformation maximale dans les 15 premières minutes de traitement. Les résultats obtenus pour le cas des échantillons de la pièce moulée sont résumés au tableau 3.2.

Tableau 3.2 - Effet de la température et du temps de traitement pour le TPO moulé

Température de traitement (min)	120			
Échantillons	a	b	c	d
Temps de traitement	30	30	30	60
ΔH après traitement (J/g)	66.7	79.9	75.7	76.7
Augmentation de ΔH (%)		19.8	13.5	16

3.1.5 Test de PVT

Pour compléter notre étude, l'évolution de la densité a été investiguée durant le traitement à 120°C pour 40 minutes comme expliqué dans la section procédure expérimentale. Après l'application du programme de température, comme montré à la figure 3.6, l'expérience a révélé qu'une densification du matériau a eu lieu durant l'étape isotherme comme montré à la figure 3.7. Ce résultat confirme bien la recristallisation du matériau durant le traitement.

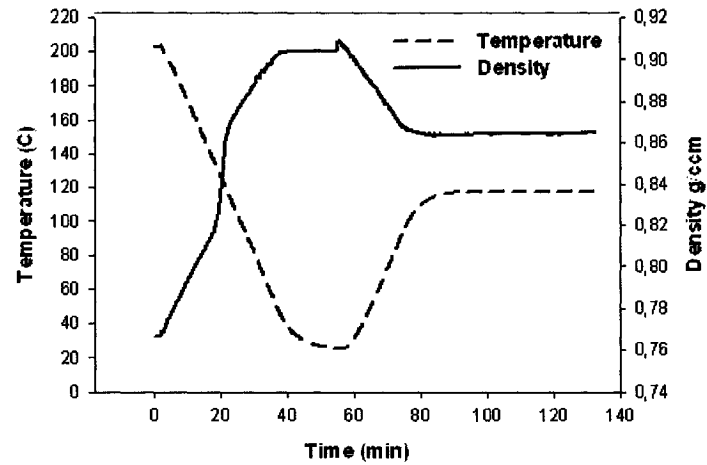


Figure 3.6 - Programme de température imposé à l'échantillon dans la machine.

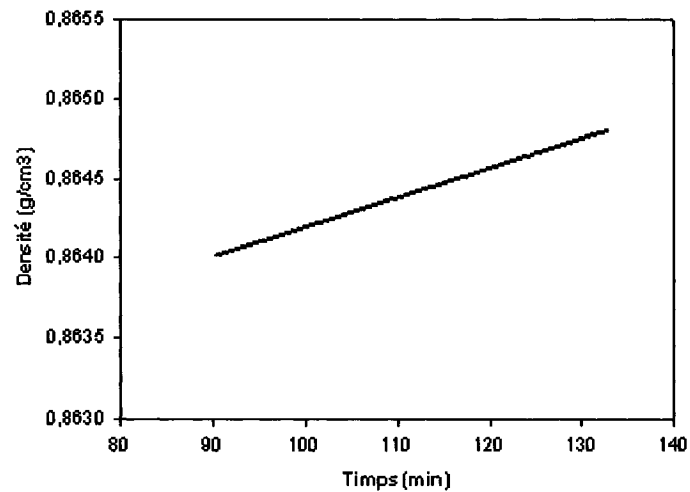


Figure 3.7 - Densité du TPO en fonction du programme de température imposé.

3.1.6 Tests de traction

Deux groupes d'éprouvettes de traction moulées dans les mêmes conditions ont été testés. Les éprouvettes du premier groupe ont été soumises au traitement thermique de

120°C pendant 30 minutes tandis que celles du deuxième groupe ont été gardées telles que moulées.

Après les tests, tous les spécimens traités ont montré une amélioration des propriétés mécaniques comparés à ceux qui n'ont pas subi de traitement thermique comme on peut le voir à la figure 3.8. Il n'y pratiquement pas de variation du module de Young (les pentes égales) mais il y a une amélioration de 28.45 % de la limite d'écoulement à 1 mm/mm de déformation. Les résultats obtenus sont résumés au tableau 3.3.

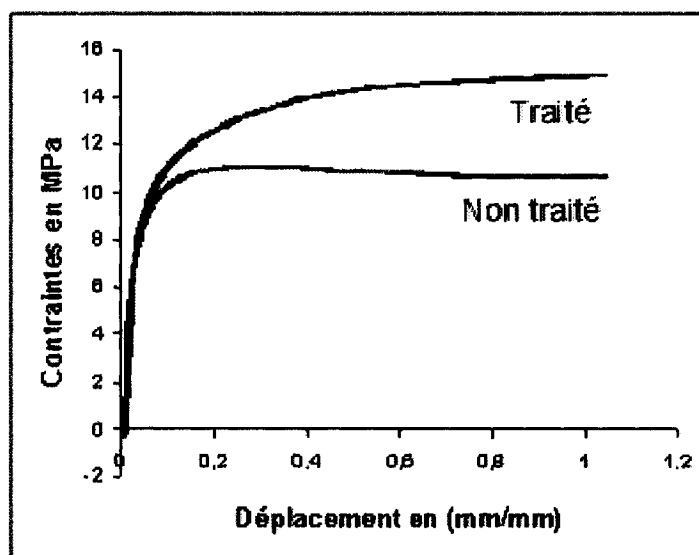


Figure 3.8 - Propriétés mécaniques du TPO traité et non traité.

Tableau 3.3 - Contrainte d'écoulement et module d'Young du TPO traité et non traité

Limite d'écoulement avant recuit à 1 (mm/mm) en MPa	10.61
Limite d'écoulement après recuit à 1 (mm/mm) en MPa	14.83
Amélioration (%)	28.45

3.1.7 Conclusion sur la caractérisation du matériau

Les résultats confirment bien qu'une recristallisation a eu lieu durant le traitement thermique du matériau. Cette recristallisation est plus importante dans les échantillons pris des pièces moulées que celle dans les échantillons pris du TPO vierge. Un autre résultat intéressant est que l'évolution de la structure se manifeste rapidement durant les 5 premières minutes avant qu'elle n'atteigne sa limite maximale. L'effet du niveau de température de traitement a été investigué. Il est constaté qu'il y a dans le cas du TPO et du PP pure apparition d'un épaulement à gauche et à la base du pic de fusion du PP. Cet épaulement est d'autant plus marqué que la température de traitement est élevée. Ce phénomène est attribué à un changement de la structure cristalline de la matrice PP. L'étude a été complétée par l'investigation de l'évolution du volume spécifique durant le traitement. Les expériences ont démontré la densification du matériau qui est signe de la recristallisation durant le traitement. Cette augmentation de cristallinité est responsable de l'augmentation de la contrainte maximale d'écoulement des éprouvettes de traction après le traitement.

3.2 Déformation des plaques

3.2.1 Illustration qualitative

Après analyses de la géométrie dans les trois catégories de pièces, à savoir telles qu'injectées, non peintes et traitées à 120°C et celles peintes puis cuites dans le four, il s'est avéré que tous les échantillons d'une même catégorie ont le même profil et évoluent tous de la même manière. Dans ce qui suit, la représentation des profils par rapport à un repère fixe choisi sur la table de mesure, comme expliqué dans la procédure de mesure du chapitre 2, est illustrée.

3.2.1.1 Profil type des pièces telles qu'injectées

Toutes les pièces de la catégorie telles qu'injectées ont le profil de déformation montré à la figure 3.9. Dans les figures A.8.1 à A.8.3 de l'annexe A.8, on retrouve le même profil pour tous les paramètres de moulage (pression de maintien, vitesse d'injection et température de matière).

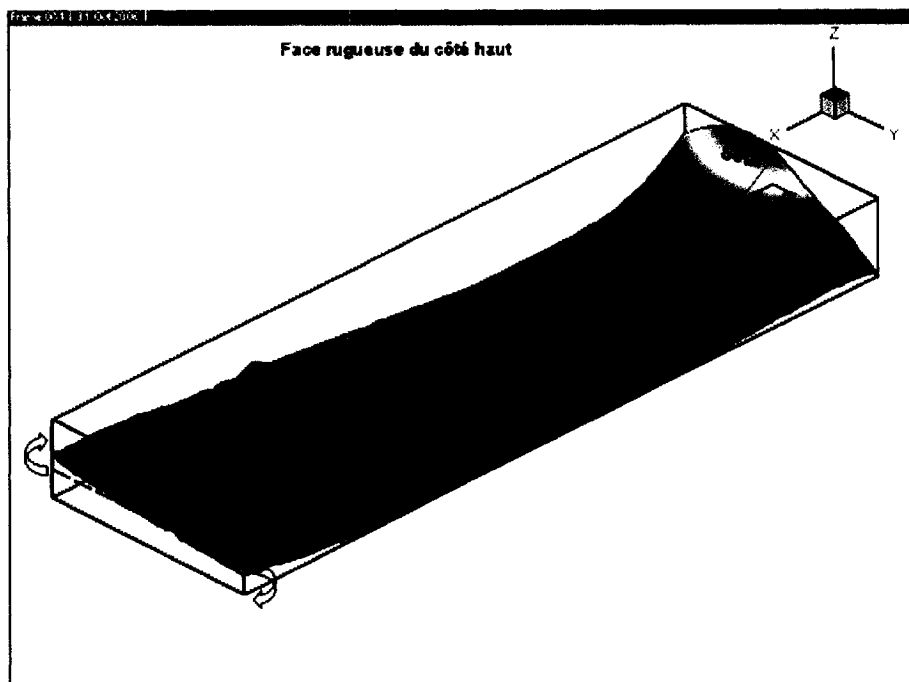


Figure 3.9 - Profil des pièces telles qu'injectées.

Comme on peut le constater, la pièce est pratiquement plate sur la majeure partie de sa surface (zone bleue sur la figure 3.9). Cependant, deux régions de déformation vers les extrémités de la pièce ont été constatées. La première est située proche du seuil et sur la ligne médiane de la pièce. Le sens de la déformation est du côté poli vers le côté rugueux, c'est-à-dire dans la même direction de l'éjection de la pièce. Cette déformation mineure a été introduite par l'éjecteur du côté du seuil au début de l'éjection. En effet, le maintien en pression permet de compenser la matière pendant le refroidissement et donc très peu de retrait de la pièce. Ceci peut en conséquence rendre difficile le décollement de la pièce de la cavité au moment de l'éjection. Ceci peut être constaté par la présence de l'empreinte de l'éjecteur sur la surface de la pièce.

Dans la deuxième région par contre, la déformation est une torsion autour de l'axe médian comme montré à la figure 3.9, elle est faible en amplitude et moins concentrée en un point particulier. L'absence d'un point de concentration est due au fait que la position de l'éjecteur se trouve sur une languette prévue pour cette fin hors de la zone balayée comme montré à la figure 3.10.

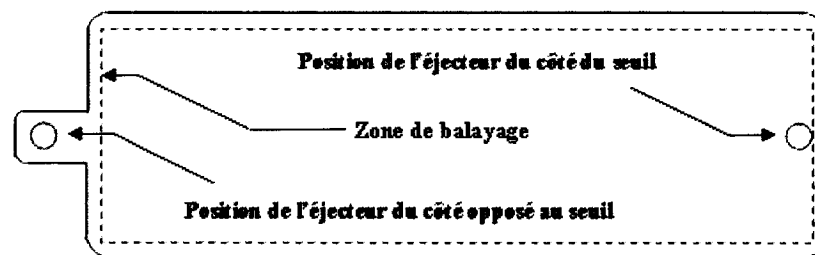


Figure 3.10 - Points d'impact des éjecteurs.

3.2.1.2 Profil des pièces traitées à 120°C

L'analyse de cette catégorie a révélé que toutes les pièces ont subi la même déformation. Dépendamment des paramètres de moulage, ces pièces fléchissent des deux bouts vers le côté rugueux comme montré à la figure 3.11. Cette déformation semble être plus importante du côté du seuil que de l'autre extrémité. Aussi, une torsion latérale est constatée le long de la pièce, plus particulièrement des deux bouts où elle semble plus prononcée. Le sens de cette torsion est le même que celui dans les pièces telles

qu'injectées mais avec une amplitude plus importante. Ce profil est retrouvé pour tous les paramètres de moulage comme montré aux figures A.9.1 à A.9.3 de l'annexe A.9.

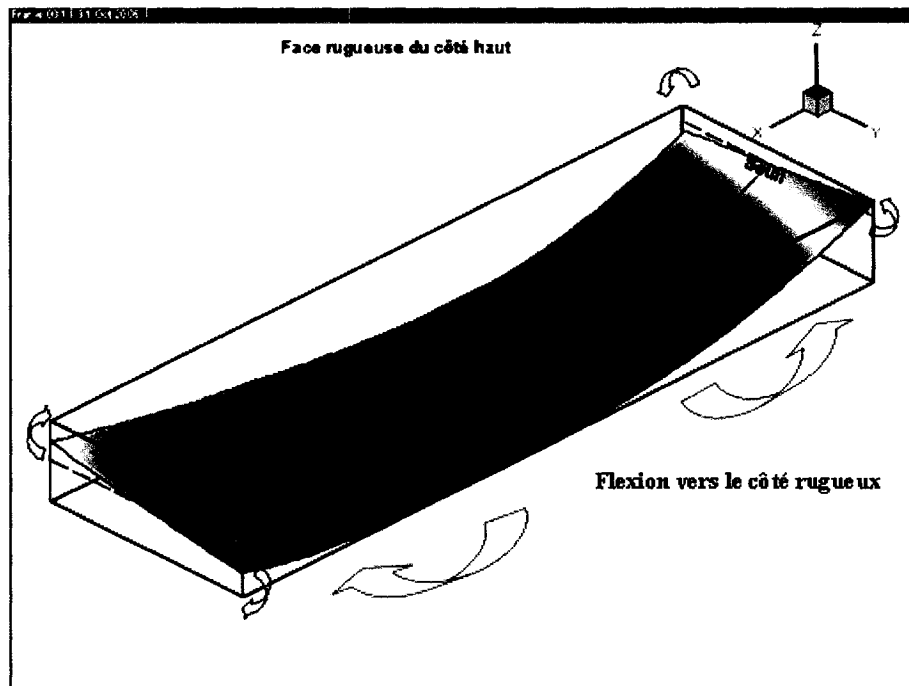


Figure 3.11 - Profil des pièces traitées à 120°C.

3.2.1.3 Profil des pièces peintes après le procédé de cuisson

Après l'application de la peinture, on a constaté que toutes les pièces ont tendance à fléchir plutôt dans la direction inverse que celles des pièces ayant seulement subi un traitement thermique à 120°C. Aussi, comme il est montré à la figure 3.12, la torsion autour de la ligne médiane est toujours présente et dans la même direction que celle des pièces non peintes. L'amplitude de cette déformation est plus au moins prononcée

dépendamment des paramètres de moulage. Ce profil est aussi retrouvé pour tous les paramètres de moulage comme montré aux figures A.10.1 à A.10.3 de l'annexe A.10.

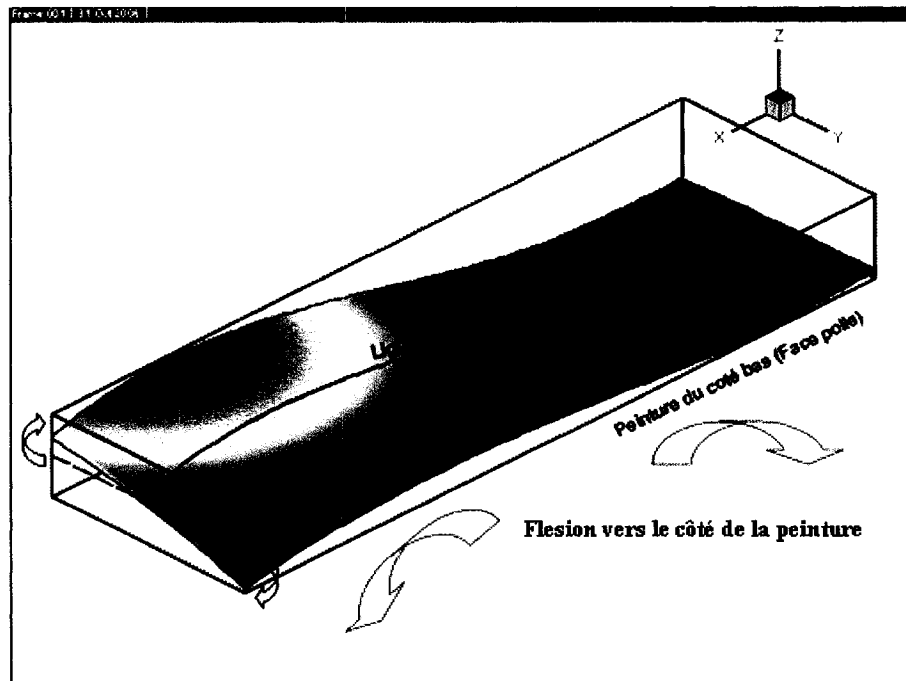


Figure 3.12 - Profil des pièces peintes et cuites à 120°C.

En se basant sur les résultats qualitatifs après l'application de la peinture, on a conclu que la déformation des pièces peintes a été provoquée par le film de peinture après sa solidification. En effet, le retrait généré après l'évaporation du solvant et compte tenu de la forte liaison entre le TPO et la peinture (assurée par le promoteur d'adhésion), la pièce fléchit vers le côté où la peinture est appliquée, c'est-à-dire vers le côté poli de la pièce.

Ce qu'on peut conclure à priori est que la déformation générée dans les pièces peintes n'ait pas l'effet de la peinture toute seule. En effet, la cuisson de peinture est aussi un traitement thermique par rapport au substrat. En conséquence, la déformation finale de la pièce est en quelque sorte la composition de deux phénomènes simultanés. Le premier est dû à l'effet de traitement thermique qu'on a vu dans la deuxième catégorie et le deuxième est dû à l'effet du retrait de la peinture.

Pour éclaircir ce problème, on a dû suivre de près l'évolution de la déformation de deux groupes d'échantillons qu'on a placés en même temps dans le four pour une période de 30 minutes. Le premier groupe ne comprend que des pièces telles qu'injectées. Le deuxième groupe ne comprend que des pièces qui ont subi une couche de peinture du côté poli. Après un séjour de 10 minutes dans le four, toutes les pièces fléchissent du côté poli vers le côté rugueux. Durant les 10 dernières minutes du séjour, uniquement les pièces peintes fléchissent dans le sens opposé, c'est-à-dire du côté rugueux vers le côté poli. Ceci démontre bien que la déformation finale de la pièce est le résultat de l'effet combiné du traitement thermique et de la peinture. Aussi, les deux effets n'agissent pas en même temps. Le traitement thermique agit en premier et la peinture agit en deuxième.

Dans d'autres tests, la peinture est appliquée au complet sur les deux faces d'un groupe de pièces telles qu'injectées, puis placées dans le four pendant 30 minutes. Le résultat est le suivant : le profil final de toutes les pièces est exactement le même que celui des

pièces telles qu'injectées après traitement. Encore une fois, la peinture agit de la même manière des deux côtés, alors les deux effets s'annulent entre eux, et le traitement thermique agit comme si la pièce n'est pas du tout peinte.

Dans une autre expérience, la peinture est appliquée sur le côté poli des pièces et cuite à 120°C pendant 30 minutes. Les pièces ont été retirées et refroidies à la température ambiante. Dans un deuxième temps, ces mêmes pièces ont été peintes mais du côté rugueux. Par la suite, on les a replacées de nouveau dans le four pour cuire la peinture du côté rugueux. Résultat : le profil des pièces n'est pas semblable au cas précédent. En conclusion, l'effet de la peinture appliquée sur les deux côtés s'annule si les deux couches de peinture sont cuites en même temps. Par contre, si elles sont cuites en deux temps, les deux effets agissent en sens opposés mais pas avec la même amplitude.

Dans d'autres tests, on a tenté d'identifier la source principale de l'effet de déformation généré par le film de peinture : au promoteur d'adhésion, à la peinture ou au vernis. Les deux derniers en particulier sont des résines thermodurcissables et peuvent jouer un rôle important dans le profil final de la pièce. Pour ce faire, on a fait les tests suivants :

- 1) Dans un premier temps, le promoteur d'adhésion est appliqué sur la face polie d'un groupe de pièces telles qu'injectées puis les pièces sont placées dans le four à 120°C pendant 30 minutes. Après l'écoulement de ce délai, toutes les pièces se

sont déformées de la même manière et avec la même amplitude comme si les pièces n'ont pas reçu la couche du promoteur d'adhésion. On a conclu que le promoteur d'adhésion n'a aucun rôle du moins de nature mécanique dans la déformation des pièces.

- 2) Dans un deuxième temps, le promoteur d'adhésion est appliqué sur le côté poli des deux groupes de pièces. Après l'assèchement du promoteur, une couche de peinture est appliquée sur le premier groupe et une couche de vernis sur le deuxième groupe. Résultats : les deux groupes de pièces se sont déformés de la même manière que les pièces de la troisième catégorie (le procédé de peinture en entier), mais dans ce cas particulier l'amplitude de la déformation semble être plus faible.
- 3) Dans un troisième temps, on a procédé de la même manière, mais au lieu d'appliquer le promoteur sur les pièces, on a appliqué directement la peinture sur le premier groupe et le vernis sur le deuxième groupe. Résultats : les pièces se sont déformées de la même manière et de la même amplitude que 2).

Après ces tests, on a conclu que :

- 1) le promoteur d'adhésion ne joue aucun rôle du moins de nature mécanique sur la déformation;
- 2) la peinture et le vernis ont tous les deux le même effet dans la déformation de la pièce.

Après ces résultats, on a tenté de comprendre lequel de ces deux composants a le plus d'effet. Pour ce faire, on a procédé exactement comme en 2) mais le procédé a été répété 5 fois de suite, c'est-à-dire 5 fois (Promoteur + Peinture + cuisson) pour le premier groupe et 5 fois (Promoteur + vernis + cuisson) pour le deuxième groupe. Résultats : que ce soit pour le premier ou le deuxième groupe, on a constaté que l'amplitude de déformation augmente en fonction du nombre de fois des procédés appliqués. Aussi, à nombre égal d'applications, le vernis déforme plus la pièce que la peinture le fait.

3.2.2 Étude quantitative de la déformation

Pour pouvoir quantifier la déformation que subissent les pièces dépendamment des trois paramètres de moulage et de la catégorie des pièces, on a dû considérer dans notre analyse certains critères de comparaison qu'on a jugé nécessaires. En effet, en regardant la déformation d'une pièce quelconque qui a subi un recuit ou non, peinte ou non, sa

géométrie semble être très complexe. Le profil d'une façon générale est une combinaison d'une flexion dans la direction de la longueur et d'une torsion par rapport à l'axe médiane de la pièce. Après analyse de la situation, il nous a semblé important de déterminer six critères pour caractériser la géométrie de chaque pièce et la comparer aux autres. Ces critères sont :

- 1) la déformation totale de la pièce dans la direction de la longueur DT;
- 2) le volume total du parallélépipède qui emboîte la pièce juste à ses frontières VT;
- 3) le volume au-dessus de la pièce V_{sup} ;
- 4) le volume en dessous de la pièce V_{inf} ;
- 5) la torsion de la pièce dans la direction de la largeur Tors.

3.2.2.1 Volume total VT

VT est le volume du parallélépipède qui limite exactement la pièce (voir figure 3.13) moins le volume de la pièce elle-même. Ce volume a été calculé de cette manière :

$$VT = L.l.H - VP$$

L = largeur de la pièce

l = longueur de la pièce

H = écart entre Z_{max} et Z_{min} .

V_P = volume de la pièce elle-même, $V_P = 3740 \text{ mm}^3$

V_P est égal à la somme des volumes de (110×34) petits carrés ayant un mm d'épaisseur.

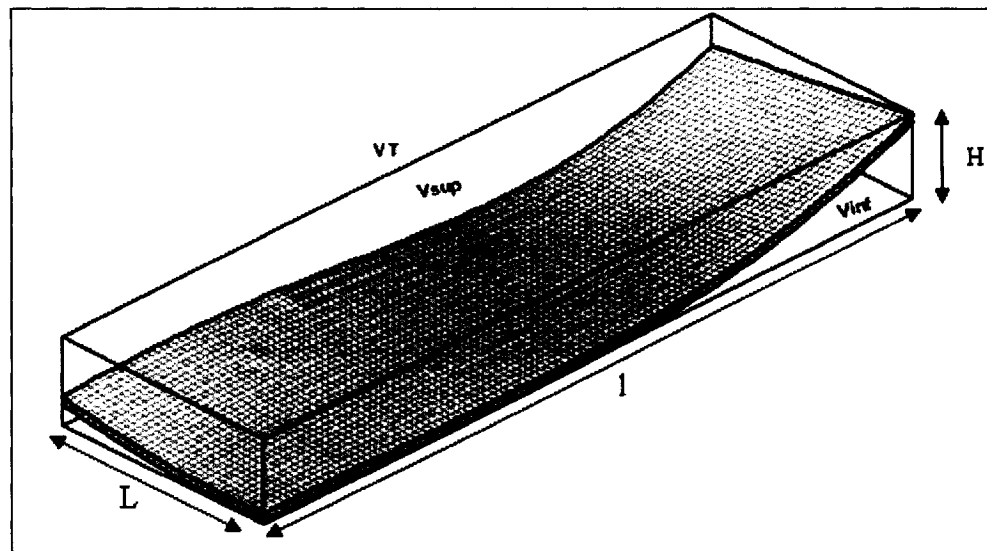


Figure 3.13 - Notions de volume total, volume supérieur et volume inférieur

Il est important de mentionner que la largeur L et la longueur l du parallélépipède qui contient la pièce ne change pas avec la déformation de celle-ci. Ces deux paramètres sont définis par le champ de balayage qui est lui-même fixe. Trois points définissant le champ de balayage ont été choisis préalablement sur la table et doivent être les mêmes pour toutes les mesures. D'autre part, les bords du champ de balayage sont à 2 mm des bords de la pièce, donc si une pièce très déformée est mesurée, on ne risque jamais de rater ses bords comme montré à la figure 3.14.

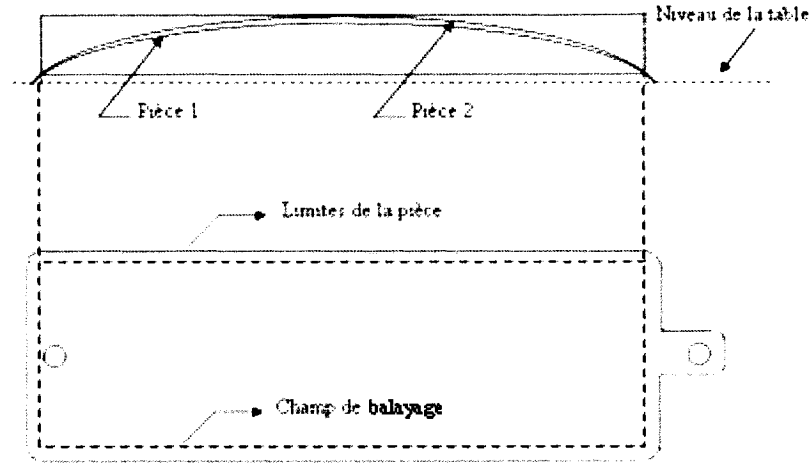


Figure 3.14 - Champ de balayage de la machine et bords de la pièce.

3.2.2.2 Volume en dessous d'une pièce V_{inf}

Le volume en dessous de la pièce V_{inf} a été calculé en faisant la somme de tous les parallélépipèdes en dessous de la surface de la pièce. Chaque parallélépipède a pour base une section S_i d'un mm^2 et d'une hauteur h séparant la surface inférieure de la pièce et le point le plus bas de la même surface. Ce volume a été déterminé numériquement par la formule suivante :

$$V_{inf} = \sum_{i=1}^{3740} (S_i \cdot h_i)$$

i varie entre 1 et $3740 = (110 \cdot 34)$ soit le nombre de colonnes par le nombre de lignes de la grille de balayage.

D'autre part, S_i est un carré d'un mm^2 car le faisceau laser balayage chaque pas d'un mm dans les deux directions x et y. Alors, la formule se réduit à :

$$V_{\text{inf}} = \sum_{i=1}^{3740} h_i$$

$$h_i = z_i - z_{\text{min}}$$

z_i = coordonnée de chaque point de balayage;

z_{min} = coordonnée du point le plus bas de la face supérieure de la pièce.

En réalité, le volume calculé n'est pas égal exactement au volume sous la pièce, la raison est que l'intersection de chaque parallélépipède avec la surface de la pièce n'est pas plane. Pour se rapprocher le plus possible du volume réel, on a du prendre h_i comme étant la moyenne des z de quatre points adjacents comme montré à la figure 3.15.

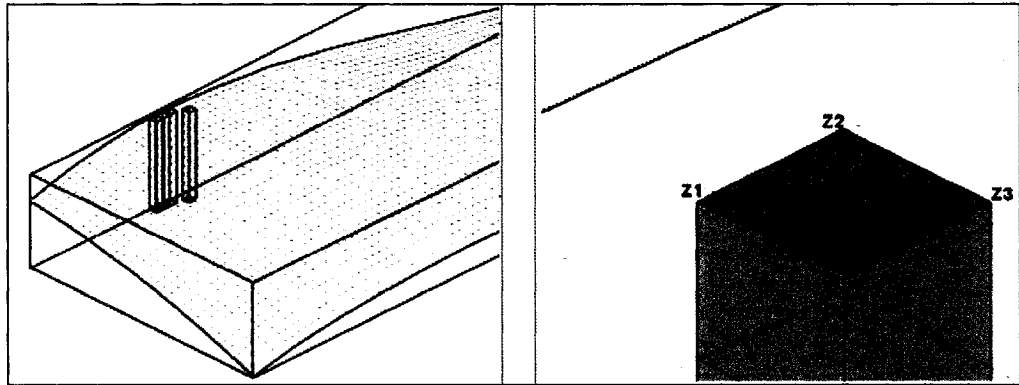


Figure 3.15 - Évaluation du V_{inf} ou V_{sup} par la méthode numérique.

3.2.2.3 Volume au-dessus d'une pièce V_{sup}

De la même manière, on a évalué le volume au-dessus de la pièce V_{sup} , mais dans ce cas la hauteur h_i des parallélépipèdes représente la distance séparant le point le plus haut de la pièce à la surface supérieure de la pièce, c'est-à-dire :

$$V_{sup} = \sum_{i=1}^{3740} (S_i \cdot h_i)$$

$$V_{sup} = \sum_{i=1}^{3740} h_i$$

avec $h_i = z_{max} - z_i$

z_i = coordonnée de chaque point de balayage

z_{max} = coordonnée du point le plus haut de la face supérieure de la pièce

3.2.2.4 Déformation totale DT

Celle-ci est définie par la déviation des deux bouts de la pièce par rapport au plan initial (plan de la pièce telle qu'injectée). Autrement dit, la flèche totale de la pièce dans la direction X, cette déformation est déterminée par :

$$DT = D_1 + D_2$$

D_1 = flèche de la pièce du côté du seuil

D_2 = flèche de la pièce du côté opposé au seuil

En raison de l'orientation de la déformation dans le cas des pièces peintes et non peintes, on a considéré deux cas différents.

Pour les pièces peintes, (D_1, D_2) sont déterminées par rapport au point dont la coordonnée z est la valeur maximale des moyennes de z sur une ligne quelconque. Dans le cas des pièces non peintes, elles sont déterminées par rapport au point dont la coordonnée z est la valeur minimale des moyennes de z sur une ligne quelconque de la pièce comme montré aux figures 3.16 et 3.17.

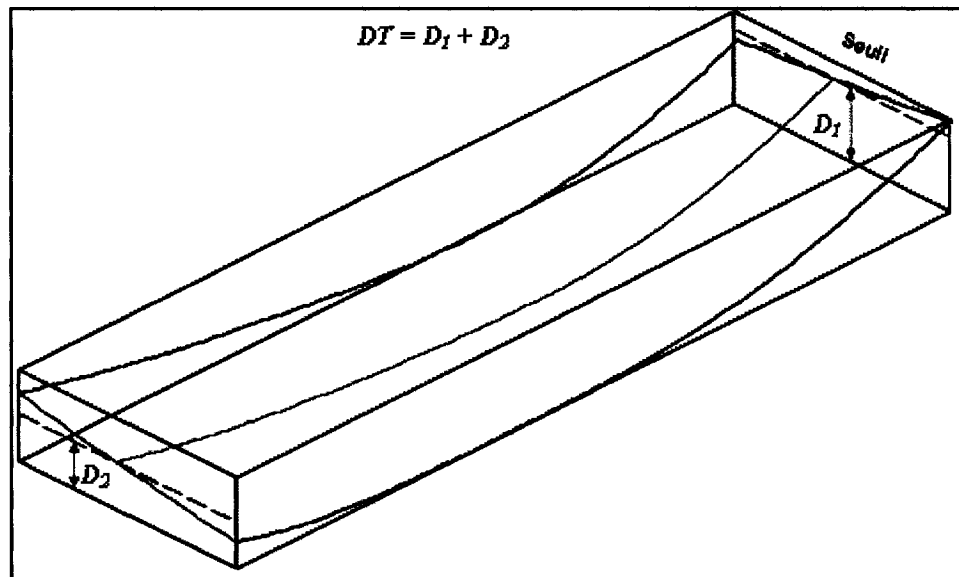


Figure 3.16 - Déformation totale et torsion dans une pièce non peinte.

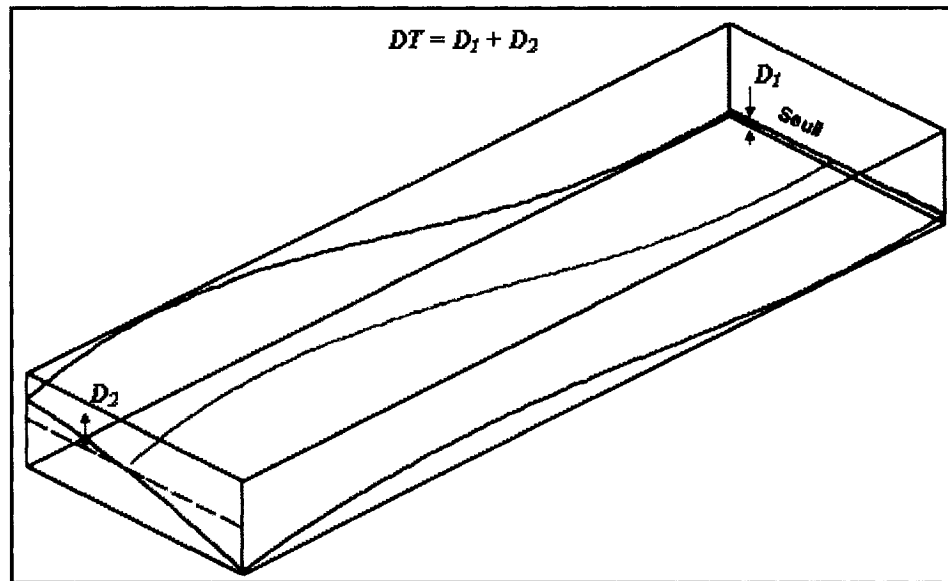


Figure 3.17 - Déformation totale et torsion dans une pièce peinte.

3.2.2.5 Torsion latérale Tors

Ce critère a été défini par la déviation des deux côtés latéraux côté du seuil et celui opposé au seuil de la pièce par rapport au plan de la pièce avant traitement voir figure 3.18.

Pour évaluer cette grandeur, on a déterminé l'écart type de la déviation par rapport à la valeur moyenne qui n'est que D_1 du côté du seuil et D_2 du côté opposé au seuil.

La torsion du côté du seuil a été déterminée par :

$$TorsPS = \sqrt{\frac{1}{34} \sum_{i=1}^{34} (Z_i - D_1)^2}$$

TorsPS est la torsion de la pièce du côté près du seuil;

34 est le nombre de point dans la direction de la largeur de la pièce;

Z_i sont les coordonnées des points sur la première ligne (côté du seuil);

Z est le niveau de la déformation D_1 .

De la même manière, on a déterminé la torsion de la pièce du côté opposé au seuil :

$$TorsLS = \sqrt{\frac{1}{34} \sum_{i=1}^{34} (Z_i - D_2)^2}$$

TorsLS est la torsion de la pièce du côté loin du seuil;

34 est le nombre de point dans la direction de la largeur de la pièce;

Z_i sont les coordonnées des points sur la dernière ligne (côté opposé au seuil);

Z est le niveau de la déformation D_2 .

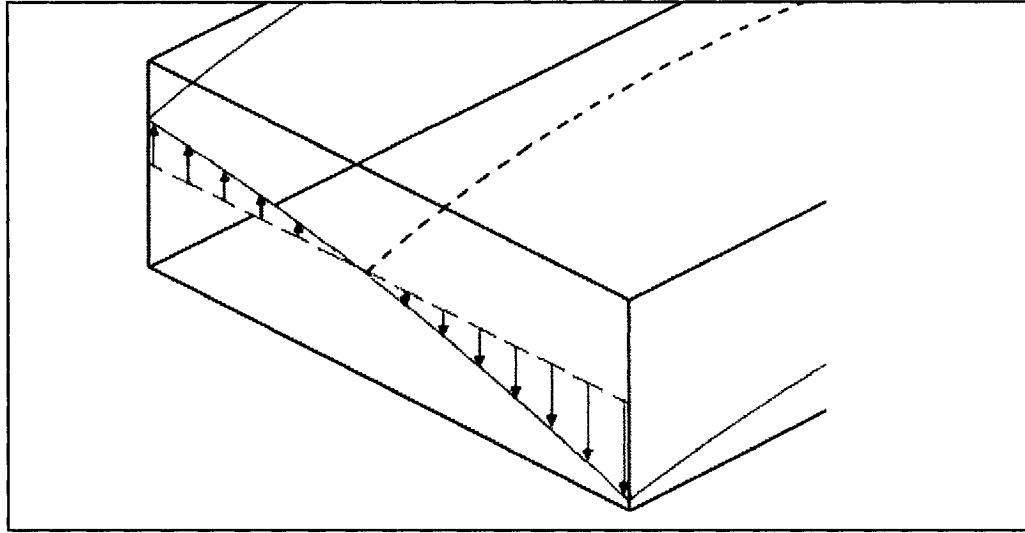


Figure 3.18 - Torsion près et loin du seuil dans la pièce.

3.2.2.6 Visualisation de la géométrie de la pièce

Les critères définis précédemment ne suffisent pas à eux seuls pour comparer les pièces entre elles; en effet, deux pièces ayant les mêmes volumes V_T , V_{sup} , V_{inf} et la même déformation des deux côtés n'ont pas nécessairement le même profil de déformation. Ces critères sont définis uniquement aux limites de la pièce; par conséquent, aucune idée qualitative de la distorsion n'est possible dans le reste de la pièce. Donc, il serait bien utile de trouver un moyen de visualisation de la pièce en entier. Pour ce faire, on s'est servi du logiciel Tecplot pour présenter des pièces indépendantes ou groupées pour voir l'évolution de la géométrie en fonction des paramètres de moulage. Les figures A.8.1 à A.10.3 des annexes A.8, A.9 et A.10 représentent tous les cas étudiés.

3.2.3 Analyse des résultats

3.2.3.1 Effet du traitement thermique et de la peinture

En se référant aux figures 3.19 à 3.33, on peut constater immédiatement que le niveau de déformation dans les pièces traitées est plus grand que celui des pièces peintes et traitées et est beaucoup plus grand que celui des pièces telles qu'injectées. Ceci est valable pour tous les paramètres de moulage. Cette différence peut être exprimée par le critère de volume total VT ou la déformation totale DT.

Le volume au-dessus, tel qu'il est défini, représente 80 % dans le cas des pièces recuites, alors qu'il n'est que de 60 % dans le cas des pièces peintes et cuites (voir les figures 3.20 et 3.21). Cette différence est due au changement du profil de la pièce, la flexion de la pièce est dirigée du côté rugueux vers le côté poli dans le cas des pièces recuites alors qu'elle est dirigée en sens opposés dans le cas des pièces peintes et cuites.

3.2.3.2 Effet des paramètres de moulage sur la déformation des pièces

Les deux paramètres de moulage qui ont le plus d'influence sur la déformation des pièces sont la pression de maintien et la vitesse d'injection.

- 1- La déformation dans les pièces recuites et les pièces peintes et cuites est croissante en fonction de la pression de maintien (figures 3.22 et 3.23). On ignore jusqu'à maintenant la source de cassure dans la courbe de la déformation et du volume en fonction de la pression de maintien. Des mesures similaires ont été faites sur des pièces recuites et moulées à pression variable mais à une vitesse d'injection centrale de 50 mm/s montrent qu'il n'y a pas de cassure dans les courbes de DT et de VT et que ces derniers sont croissants en fonction de la pression de maintien.
- 2- La déformation est croissante en fonction de la vitesse d'injection dans les pièces recuites et décroissante dans les pièces peintes et cuites (figure 3.280).
- 3- La température de matière n'a pratiquement pas d'influence (figures 3.32 et 3.33).

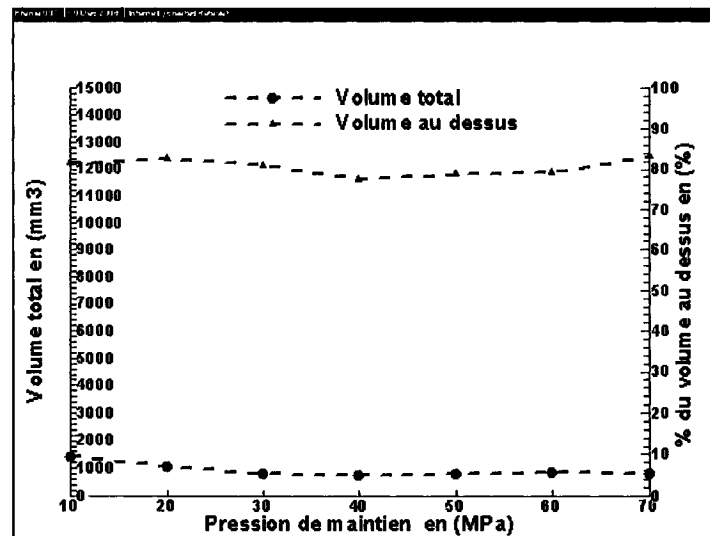


Figure 3.19 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans les pièces telles qu'injectées.

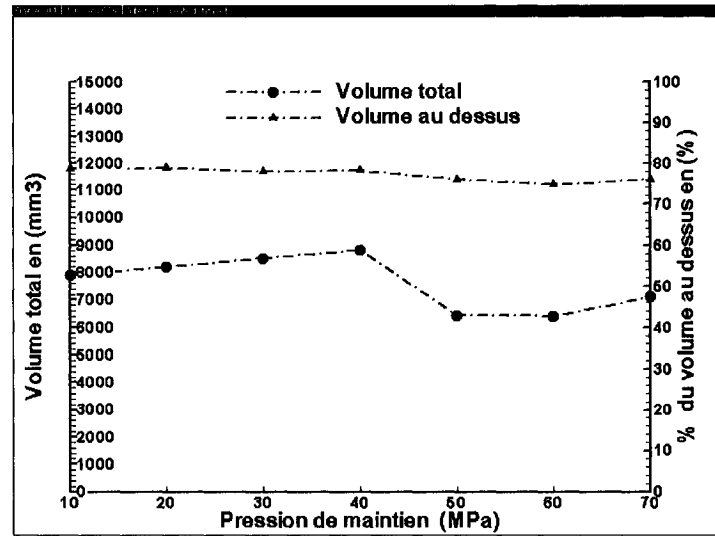


Figure 3.20 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans le cas des pièces recuites.

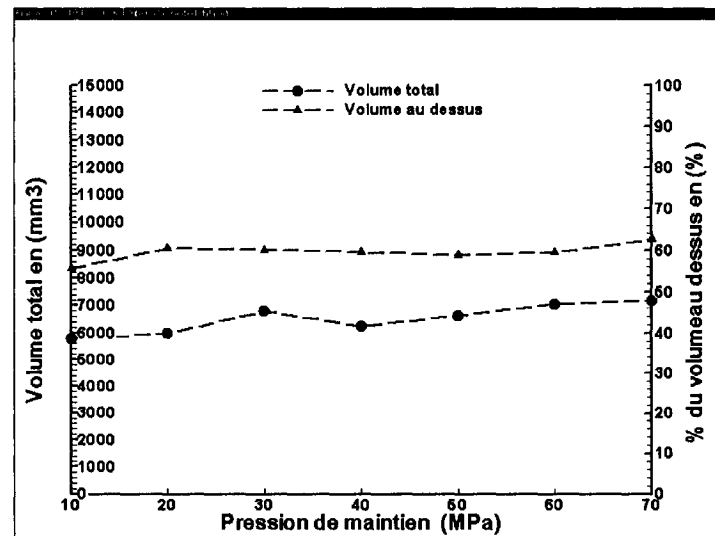


Figure 3.21 - VT et Vsup en fonction de Pmaint dans le cas des pièces peintes et cuites.

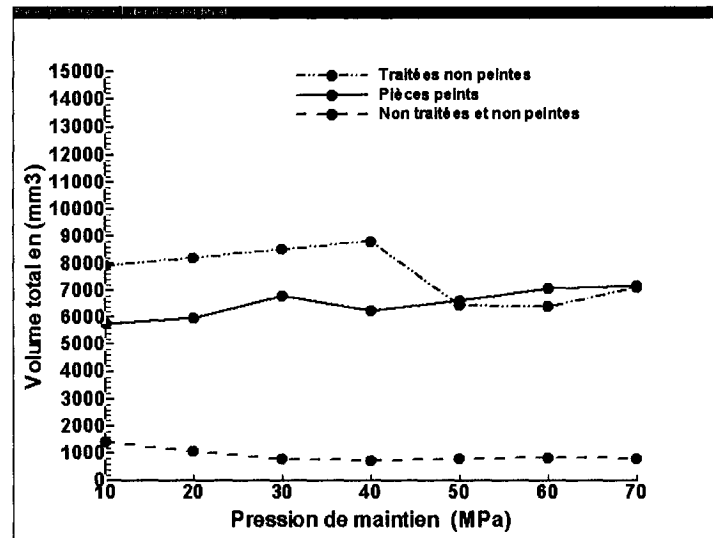


Figure 3.22 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs P_{maint}).

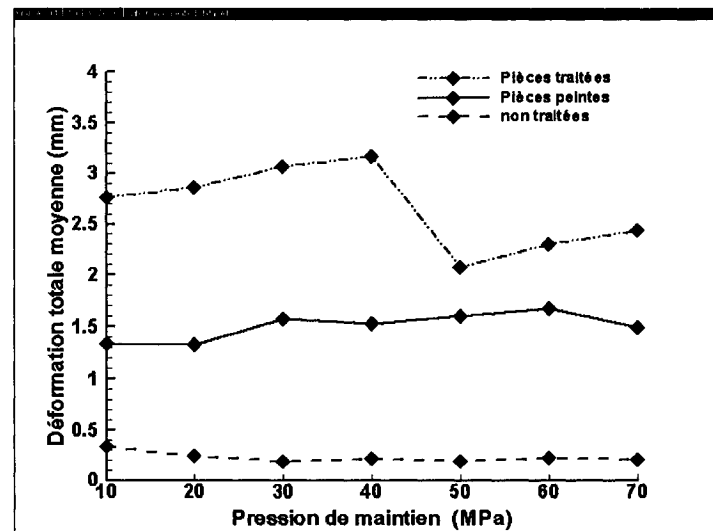


Figure 3.23 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs P_{maint}).

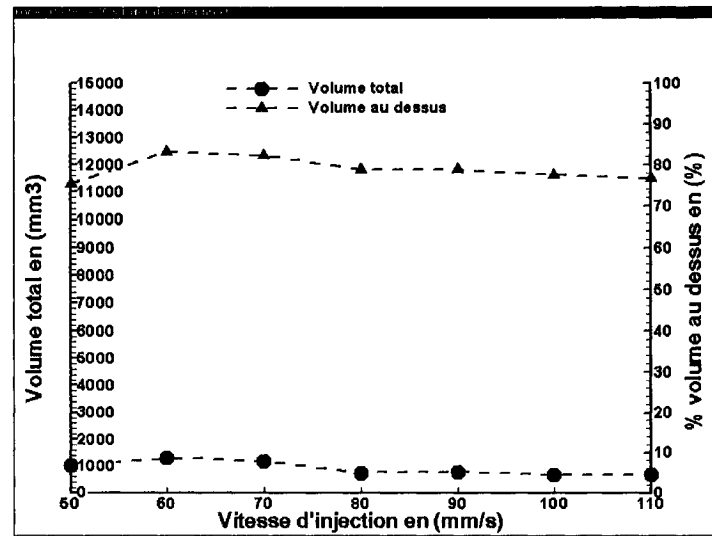


Figure 3.24 - VT et Vsup en fonction de V_{inj} dans le cas des pièces telles qu'injectées.

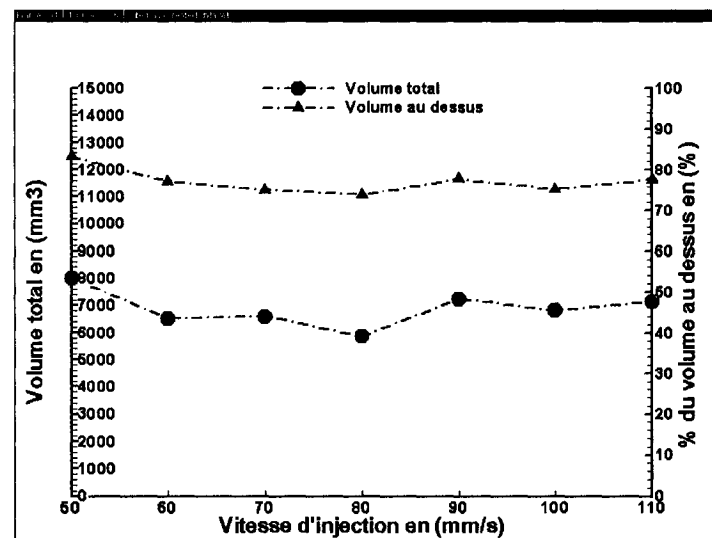


Figure 3.25 - VT et Vsup en fonction de V_{inj} dans le cas des pièces recuites.

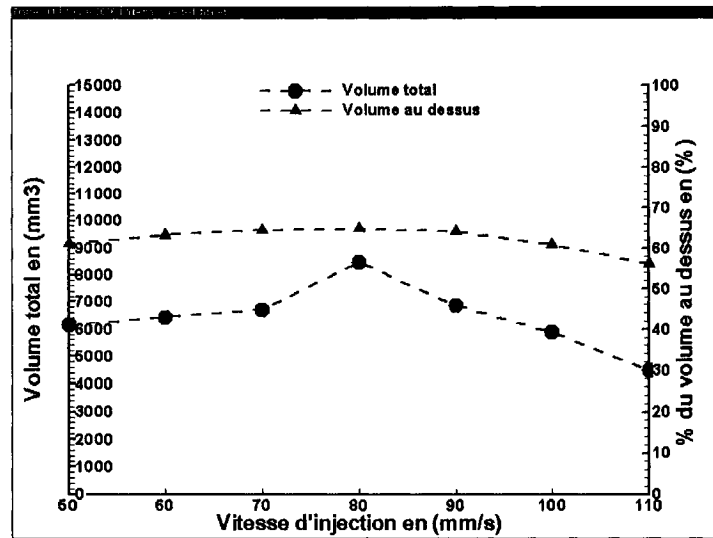


Figure 3.26 - VT et Vsup en fonction de Vinj dans le cas des pièces peintes et cuites.

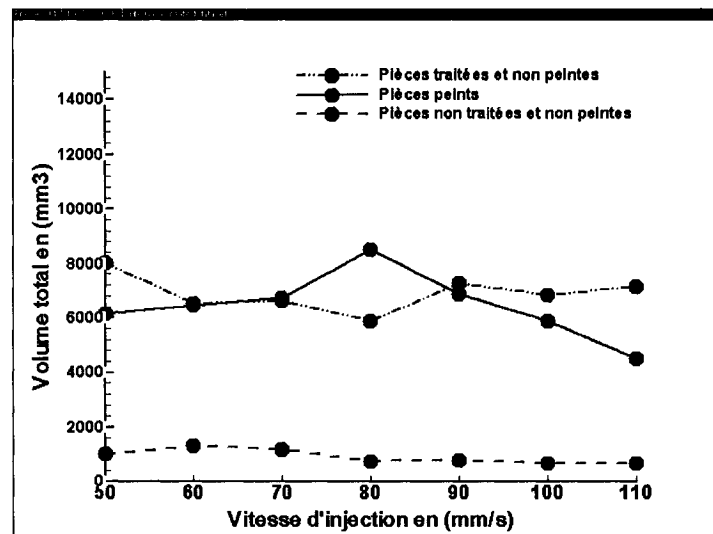


Figure 3.27 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs Vinj).

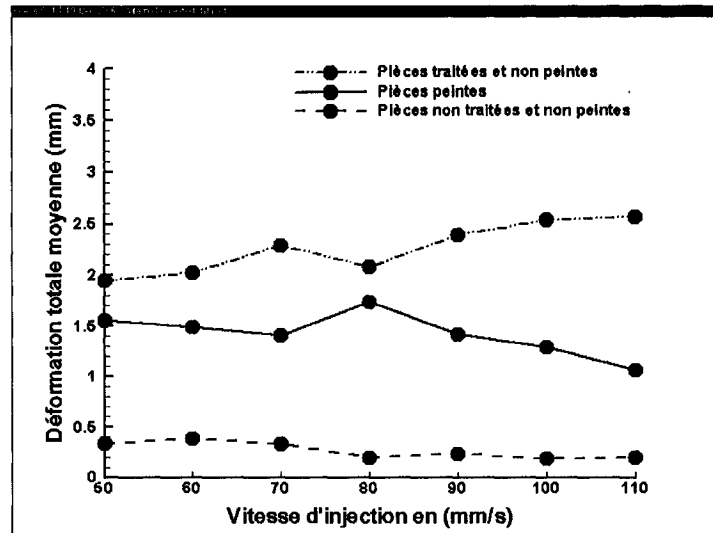


Figure 3.28 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs Vinj).

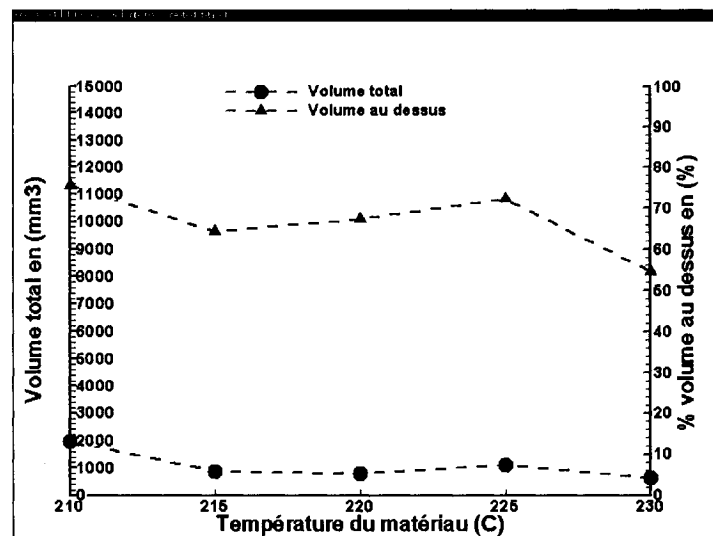


Figure 3.29 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces telles qu'injectées.

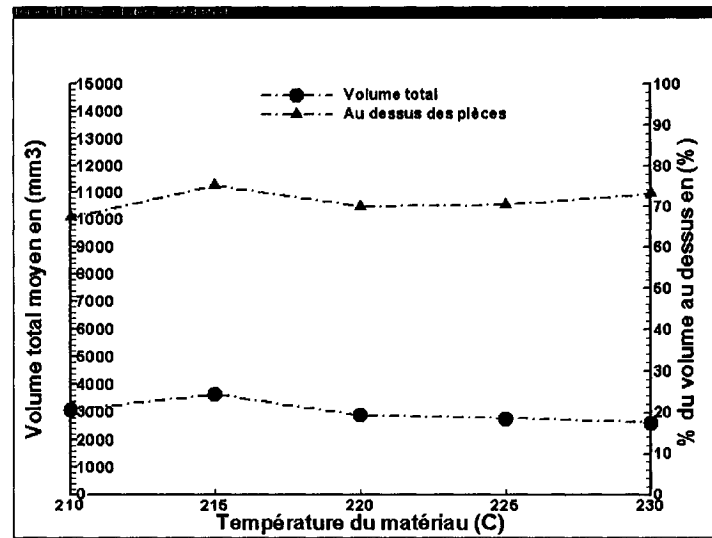


Figure 3.30 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces recuites.

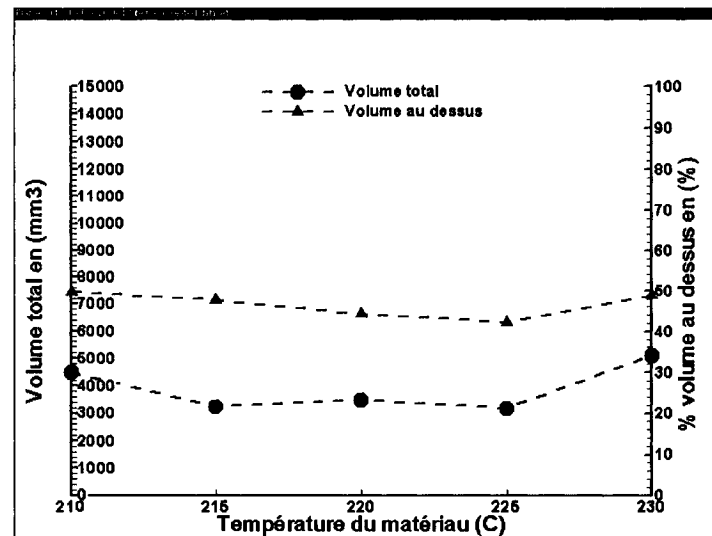


Figure 3.31 - VT et Vsup en fonction de Tmat dans le cas des pièces peintes et cuites.

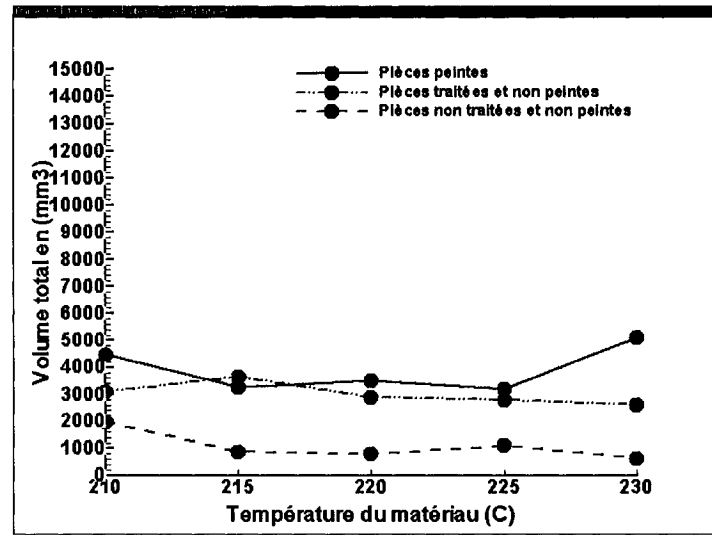


Figure 3.32 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (VT vs Tmat).

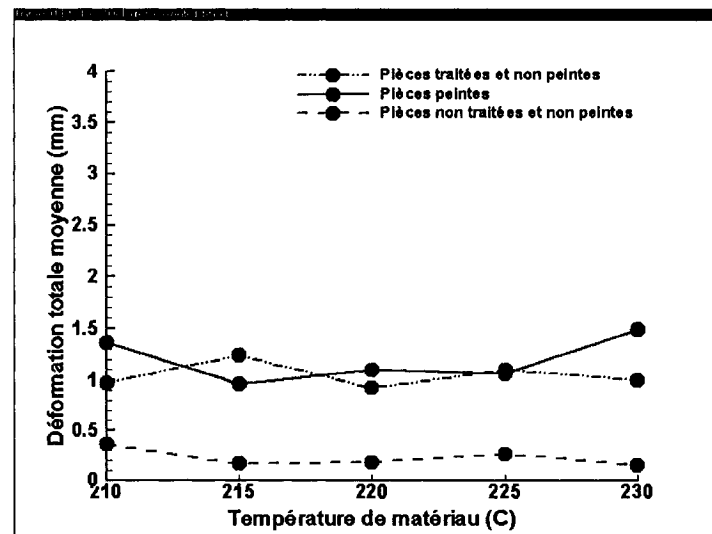


Figure 3.33 - Comparaison entre les trois catégories de pièces (DT vs Tmat).

L'analyse de l'évolution de la torsion dans les deux catégories de pièces (traitées thermiquement et peintes et cuites) montre qu'indépendamment des paramètres de moulage :

- 1- la torsion est plus importante du côté opposé au seuil que celle du côté du seuil (figure 3.34 vs 3.35, 3.36 vs 3.37 et 3.38 vs 3.39;
- 2- l'application de la peinture et sa cuisson atténuent la torsion du côté du seuil et l'accroissent du côté opposé comme montré aux figures 3.34 à 3.39.

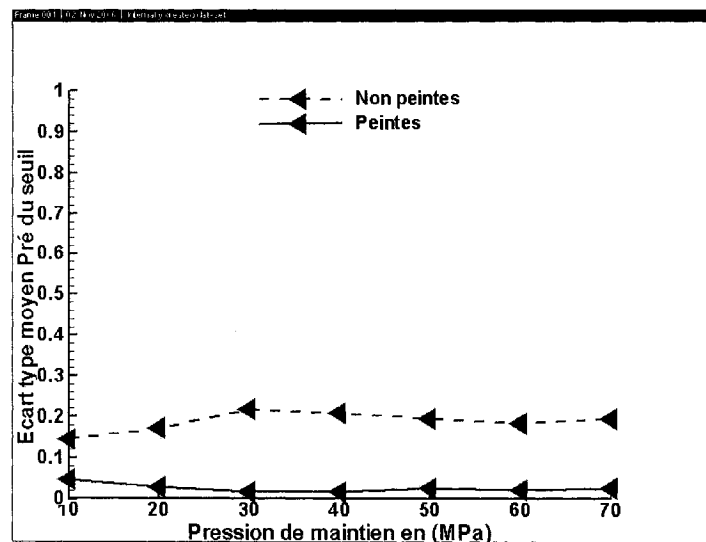


Figure Erreur ! Il n'y a pas de texte répondant à ce style dans ce document..1 -
Torsion près du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de
Pmaint.

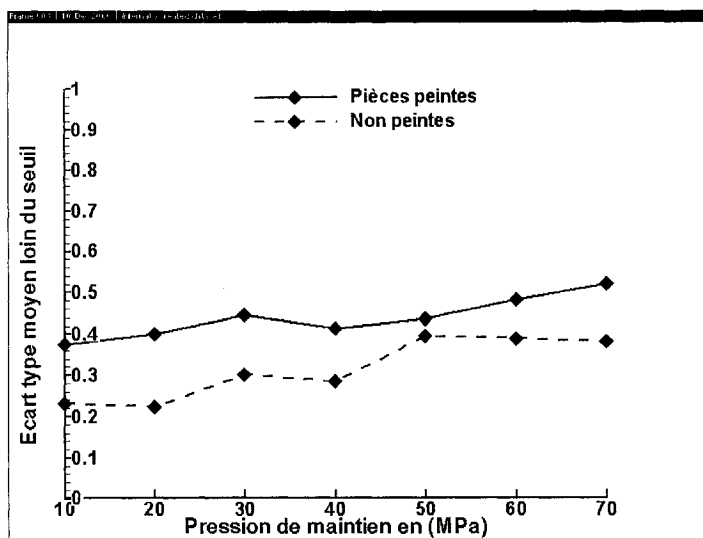


Figure 3.35 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de P_{maint}.

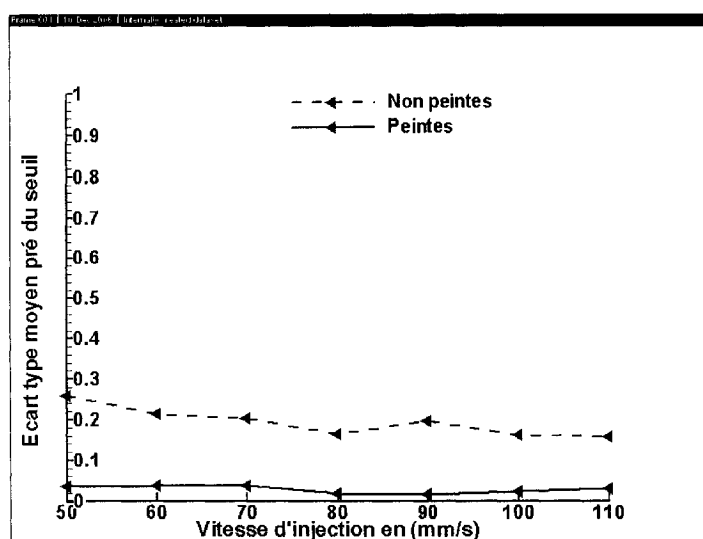


Figure 3.36 - Torsion près du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de V_{inj}.

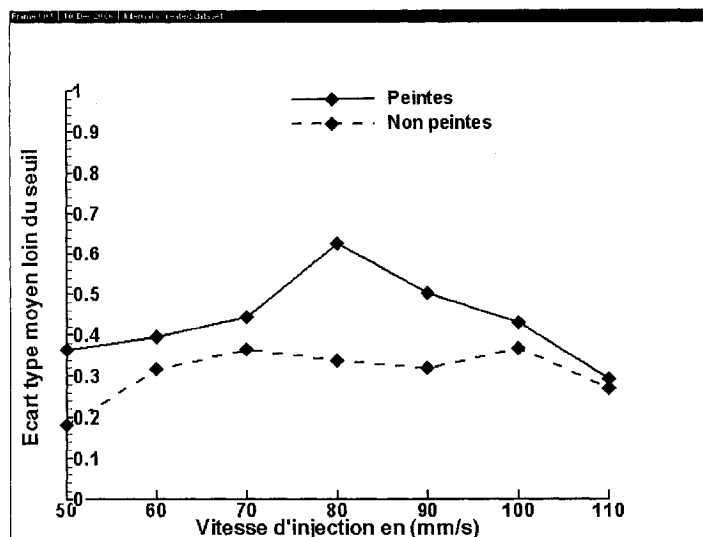


Figure 3.37 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de V_{inj} .

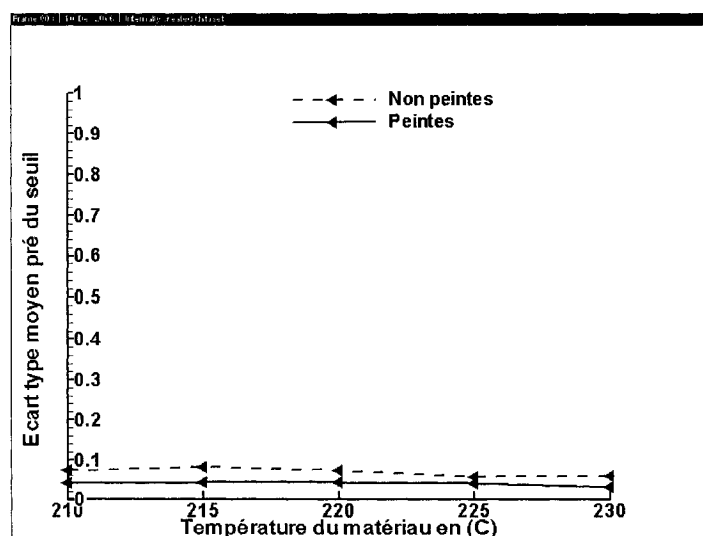


Figure 3.38 - Torsion près du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de T_{mat} .

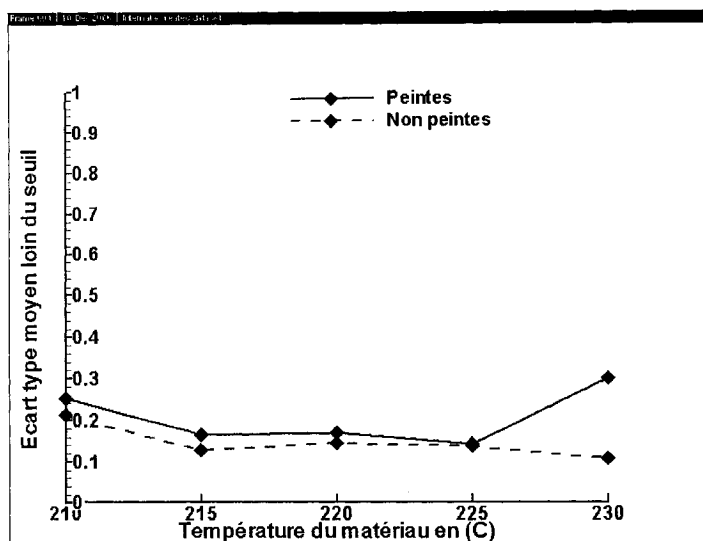


Figure 3.39 - Torsion loin du seuil dans les pièces traitées et les pièces peintes en fonction de Tmat.

3.2.4 Discussion

3.2.4.1 Déformation dans les pièces traitées à 120°C

Les contraintes résiduelles induites dans les pièces plastiques sont les conséquences directes d'un refroidissement rapide non équilibré et non homogène lors du procédé de moulage. Ces contraintes sont attribuées à deux sources de nature différentes, la première est due aux contraintes normales et de cisaillement qui se développent durant un remplissage non isotherme. La deuxième est due à un refroidissement non isotherme, dans ce dernier cas, le refroidissement génère une densification non homogène dans le matériau.

Relativement à la géométrie de notre cavité, et bien que l'injection se fasse à travers un seuil film et que la différence de température entre le côté fixe et mobile de l'ordre d'un degré, la déformation (du côté opposé au seuil et de la face polie vers la face rugueuse) et la torsion constatées sur notre pièce après le traitement dans le four à 120°C seraient probablement dues à des contraintes générées lors du remplissage et du maintien. Les raisons favorables à cette situation sont en fait nombreuses, on peut citer comme exemple :

- la position du seuil n'est pas symétrique par rapport à la face gauche et droite de la cavité;
- une seule face de la cavité a un état poli miroir;
- la distribution de la température le long de l'insert n'est pas homogène en raison de la position du seuil et du délai de maintien (35 s);
- la distribution de la température n'est pas la même du côté gauche et du côté droit en raison de la position des canaux d'alimentation du moule (très proches de l'un des deux bords de l'insert).

L'épaisseur faible de la pièce et la souplesse du matériau ont certainement participé à amplifier le phénomène, mais ils ne sont pas impliqués dans sa manifestation en tant que tel.

Une simulation à l'aide de Plasview (un logiciel de simulation 2.5 D du procédé de moulage) du remplissage à débit constant et avec maintien dans la pièce étudiée a révélé qu'un gradient de température s'établit dans la direction transversale de la pièce, de la surface jusqu'au centre ou (cœur de la pièce) comme montré à la figure 3.40. Les figures montrent le gradient de température à trois niveaux différents de l'épaisseur de la pièce.

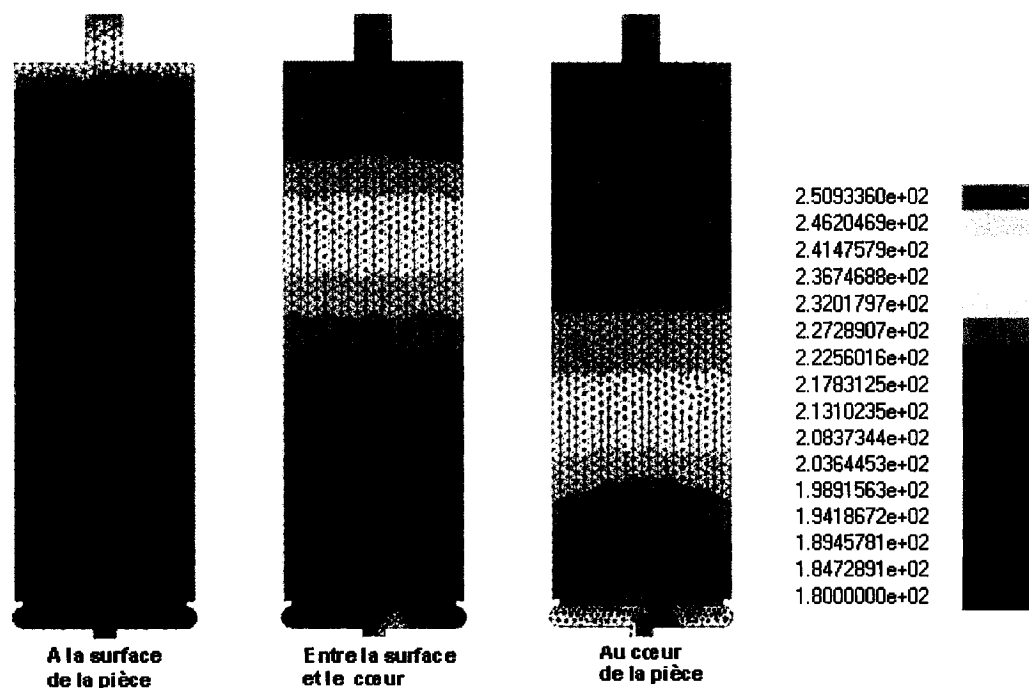


Figure 3.40 - Gradient de la température dans la direction normale.

À partir de ces trois schémas, on peut constater qu'après le refroidissement de la pièce, un gradient de température s'établit entre le centre la surface et le cœur de la pièce (le cœur est plus chaud que la surface) et un autre le long de la pièce (plus froid du côté du seuil). Un tel résultat a déjà été confirmé quand on a démontré à l'aide de la DSC que

l'échantillon pris près du seuil avait une augmentation de ΔH plus importante que celle de l'échantillon pris loin du seuil. En conséquence, il est fort probable que des contraintes résiduelles soient générées d'avantage du côté du seuil que du côté opposé, ce qui peut expliquer la déformation dans les pièces après le traitement. Que le sens de la déformation soit de la face polie vers la face rugueuse serait probablement dû à la position asymétrique du seuil par rapport aux deux faces de la pièce.

3.2.4.2 Déformation dans les pièces peintes

Il est tout à fait logique que la déformation après l'application de la peinture soit du côté opposé du seuil et qu'elle soit dirigée de la face rugueuse vers la face polie. La raison est la suivante : la déformation finale qu'on enregistre sur la pièce est en fait la combinaison de la déformation due à l'effet de traitement thermique et de celle due au retrait de la peinture. La première est dirigée du côté poli vers le côté rugueux, la deuxième est dirigée du côté rugueux vers le côté poli. La figure 3.41 montre comment la déformation dans une pièce peinte évolue dans le temps lorsqu'elle est cuite.

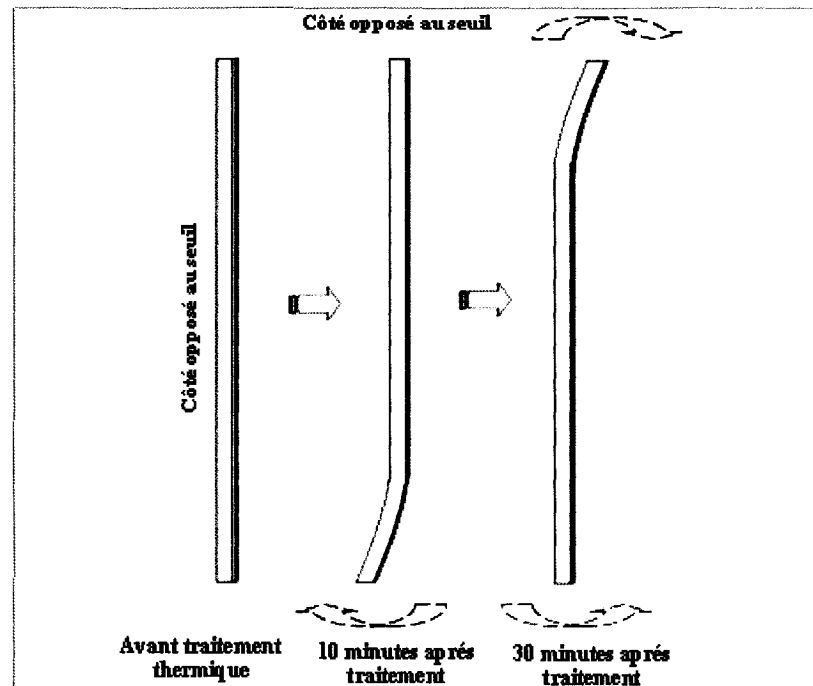


Figure 3.41 - Évolution du profil de la pièce pendant la cuisson.

3.2.4.3 Déformation dans les pièces moulées à température variable

C'est après avoir traité thermiquement les pièces dans le four à 120°C qu'on a pu confirmer que celles moulées à température variable n'avaient pas la même amplitude de déformation que celles moulées à pression ou à vitesse variable. La mesure de la déformation à l'aide du profilomètre laser a révélé que les valeurs de DT et celle de VT dans le cas des pièces moulées à température variable sont dans le rapport de 0.38 et 0.45 comparées à celles moulées à pression et à vitesse d'injection variable.

L'utilisation du TPO de la deuxième boîte pour mouler les pièces à température variable nous a laissé soupçonner les propriétés des deux lots utilisés dans le moulage. Pour expliquer les différences observées, on a procédé à la caractérisation thermique et rhéologique d'échantillons provenant des deux lots. Deux types de tests ont été effectués dans ce sens : les tests de DSC et les tests de rhéologie.

a- Tests de DSC

Deux échantillons ayant une masse de l'ordre de 6 mg ont été coupés de deux pièces, l'une moulée à pression variable et la deuxième moulée à température variable (plaque fabriquée à partir du deuxième lot). Après avoir effacé leurs histoires thermiques, deux tests d'analyse ont été effectués sur les deux échantillons. Résultats, aucune différence ni dans la forme ni dans l'enthalpie totale de fusion du matériau n'a été constatée. En conséquence, la technique de DSC n'a pas répondu à la question.

b- Test de viscosité

Deux tests ont été effectués à l'aide d'un rhéomètre sur deux échantillons à l'état brut venant des deux lots. Après l'acquisition des données de l'Annexe 6, la viscosité dynamique η des deux lots a été représentée en fonction de la fréquence. La température du matériau a été fixée à 220°C. À partir de la figure 3.42, on constate que les deux ne

sont pas tout à fait confondues, elles se joignent à grandes fréquences et se séparent à faibles fréquences. Ceci confirme que les deux échantillons de TPO provenant des deux lots n'avaient pas les mêmes propriétés rhéologiques, ce qui serait la cause principale de la différence dans l'amplitude de déformation entre les pièces moulées à température variable et celles moulées à pression ou à vitesse variable, toutes provenant du premier lot.

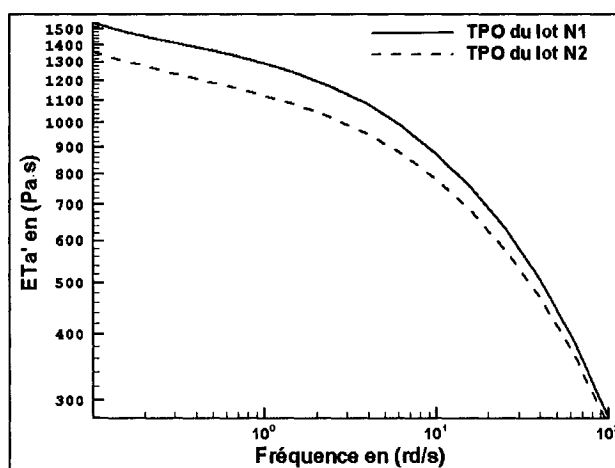


Figure 3.42 - Viscosité dynamique des deux lots.

Le test rhéologique à lui seul ne suffit pas pour expliquer la différence dans les deux lots. Le matériau étant un composé à trois phases, il est donc difficile de spéculer sur la nature du problème. Une recherche dans la littérature à propos du sujet nous a laissés soupçonner la structure moléculaire de la phase polypropylène qui représente 60 % en masse dans la formulation du TPO.

CONCLUSION

L'instabilité géométrique des pièces moulées en TPO après l'application de la peinture a été étudiée en investiguant séparément les trois aspects suivants : la recristallisation du TPO, la relaxation des contraintes résiduelles dans ce matériau et de retrait dans le film de la peinture en tant que revêtement. La stratégie suivie a permis d'élucider clairement l'effet de chaque aspect dans cette instabilité dimensionnelle.

Relativement au premier aspect, trois différentes techniques ont été utilisées pour comprendre l'effet de la recristallisation du TPO. À l'aide du DSC, il a été démontré que la recristallisation est plus importante dans le cas d'échantillons pris d'une pièce moulée que celle dans le cas d'un TPO vierge. Ainsi, l'augmentation de ΔH dans le TPO vierge est de l'ordre de 7 % alors qu'elle est de l'ordre de 16 % dans le cas du TPO moulé. Le polypropylène pur a été caractérisé par la DSC et on a conclu que ce matériau qui représente 60% en poids dans la formulation du TPO subit lui aussi une recristallisation. L'augmentation de ΔH dans ce cas est du même ordre que le TPO vierge. Pour les deux autres entités LLDPE et EPR, on n'a pas pu par contre vérifier s'ils participent ou non dans la recristallisation du TPO en raison de la température de fusion de ces deux dernières composantes qui est située aux environs de la température de cuisson de la peinture, c'est-à-dire 120°C.

L'effet du traitement thermique dans un four conventionnel a été simulé dans le four de la DSC. Ainsi, après effacement de l'histoire thermique du TPO et du PP vierge, il a été démontré que l'effet du temps est presque nul après les cinq premières minutes de traitement thermique, que ce soit pour le TPO vierge ou le TPO moulé. L'effet du niveau de température de traitement a été investigué. Il a été démontré que l'augmentation de ΔH dans le cas de 120, 130 et 140°C est pratiquement le même. Dans le cas du traitement à 120°C, la forme du premier pic de fusion correspondant aux fractions LLDPE et EPR a évolué d'une forme plate à une forme aiguë. Cette forme est moins aiguë dans le cas du traitement à 130 et 140°C. Un épaulement à la base du pic de fusion du PP et du TPO a été observé et sa taille est d'autant plus prononcée que le niveau de température de traitement est important. Cet épaulement a été associé à la présence de deux entités cristallines α et β en se basant sur la littérature.

Dans le cas du TPO moulé et traité à 120°C, 130°C et 140°C durant 30 minutes, l'augmentation de ΔH est très importante par rapport au TPO vierge.

L'épaulement à la base du pic de fusion du polypropylène a été aussi observé, sa taille est fonction du niveau de température de traitement. L'effet du temps de traitement thermique dans le cas du TPO moulé a été aussi investigué. Ainsi, deux échantillons pris au même endroit d'une pièce moulée et qui ont été traités respectivement durant 30 et 60 minutes ne montrent pratiquement pas de différence dans l'augmentation de ΔH entre

les deux. Aussi, en mesurant l'augmentation de ΔH de deux échantillons qui ont été prélevés près et loin du seuil, on a conclu que la recristallisation est plus importante du côté du seuil que de l'autre. Cette différence a été associée au fait que l'échantillon pris près du seuil et qui n'a pas été traité a très peu de cristaux à cause de la vitesse de refroidissement élevée durant le remplissage de la cavité.

La recristallisation du matériau a été investiguée en utilisant la technique PVT à ultrasons. Ainsi, un échantillon d'environ 50 g de masse a été fondu puis refroidi jusqu'à solidification et de nouveau chauffé jusqu'à 120°C et maintenu à cette température sous une pression constante durant 30 minutes. L'expérience a montré que la densité du matériau durant cette dernière phase a augmenté bien que les deux paramètres pression et température ont été maintenus constants. Cette augmentation de la densité a été associée à la réorganisation des chaînes dans des réseaux cristallins donnant naissance à un matériau plus dense et plus compact.

Des tests de traction mécaniques ont été effectués sur deux groupes d'éprouvettes moulées dans des conditions identiques. Seuls les échantillons du premier groupe ont été traités à 120°C durant 30 minutes. L'analyse des résultats montre que le module d'Young des éprouvettes traitées est de 7 % plus élevé que celui des éprouvettes non traitées. La limite de la contrainte à l'écoulement quant à elle a été améliorée de 21 % à

peu près. Ces améliorations sont attribuées à la recristallisation du matériau après le traitement dans le four.

L'aspect de relaxation des contraintes a été investigué en traitant des pièces de 1 mm d'épaisseur, moulées en TPO et traitées à 120°C durant une période de 30 minutes. Les résultats montrent que toutes les pièces se déforment de la même manière et que cette déformation ou distorsion est tributaire des paramètres de moulage des pièces. Les deux principaux paramètres sont la pression de maintien et la vitesse d'injection. L'effet de la température n'est pas très marqué. Les déformations analysées ont été attribuées aux contraintes résiduelles introduites dans le corps des pièces en raison de la vitesse de refroidissement élevée du matériau lors du moulage.

L'effet direct de peinture sur l'instabilité géométrique des pièces a été étudié en investiguant le retrait de la peinture en fonction de sa solidification. Les résultats montrent que dépendamment des paramètres de moulage, toutes les pièces peintes et cuites se déforment de la même manière. Les paramètres de moulage qui ont le plus d'effet sont la pression de maintien et la vitesse d'injection.

Pour résumer, la déformation que subissent les pièces peintes après cuisson est la conséquence de trois effets combinés : l'effet de recristallisation, de relaxation des contraintes résiduelles et de retrait de la peinture.

RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude a certes permis de déterminer les sources principales dans l'instabilité dimensionnelle des pièces en TPO après la cuisson de la peinture. Cependant, elle a soulevé plusieurs points qui méritent d'être éclaircis si on veut mieux contrôler les dimensions des pièces.

Relativement à la géométrie de la pièce, uniquement l'épaisseur de 1 mm a été étudiée. Or, comme ce facteur a un effet direct sur la rigidité de la pièce et finalement sur l'amplitude de la déformation après le traitement thermique, il serait donc bien utile d'investiguer le cas d'autres épaisseurs (jusqu'à 3 mm).

Relativement au procédé de moulage du TPO, il a été démontré que l'effet de relaxations des contraintes résiduelles et celui de la recristallisation sont deux paramètres déterminants dans l'évolution de la géométrie des pièces après le traitement thermiques. Cependant, la caractérisation du TPO à l'aide des trois différentes techniques a soulevé plusieurs points d'interrogations qu'il serait important d'éclaircir davantage. On a vu par exemple que les pièces se déforment davantage du côté du seuil et se tordent moins du même côté. Il serait donc utile d'investiguer cet aspect pour déterminer si le phénomène est lié à la position du seuil par rapport à la pièce ou lié au fait que ce dernier est décalé par rapport au plan médian.

Dans le même contexte, on a conclu en utilisant la technique de la DSC qu'un échantillon coupé à travers toute l'épaisseur pris du côté du seuil avait un taux de recristallisation plus important qu'un échantillon pris loin du seuil, mais on n'a pas démontré si ce taux de recristallisation était constant ou non à travers l'épaisseur de la pièce. Il serait bien utile de réaliser ce genre de tests en prélevant des échantillons à travers l'épaisseur par microtomage.

L'apparition d'un épaulement à la base du pic de fusion principal a soulevé plus de questions quant au comportement du TPO lorsqu'il est traité thermiquement à une température supérieure à 120°C. Ce test peut être même étendu à l'étude du comportement de la peinture au-delà de la température de cuisson utilisée dans cette étude. En effet, la peinture est un thermodurcissable qui peut libérer des contraintes résiduelles générées par la solidification rapide lorsque les conditions sont réunies.

À l'échelle industrielle, les pièces fabriquées en TPO ont des dimensions beaucoup plus importantes et des géométries beaucoup plus complexes que celles de la plaque étudiée. En conséquence, l'analyse de l'instabilité géométrique est beaucoup moins évidente. Cependant, il est toujours possible d'exploiter les connaissances requises dans cette étude pour réduire l'impact du problème. Les objectifs ne peuvent être atteints sans considérer les procédés de moulage et de peinture simultanément. En effet, on a pu démontrer que la géométrie finale de la pièce est le résultat de deux déformations

combinées, la première due aux contraintes résiduelles induites lors du moulage et la deuxième est due à la solidification de la peinture. En d'autres termes, la peinture accentue la déformation si elle est appliquée d'un côté et l'atténue si elle est appliquée de l'autre côté. Or, comme on n'a pas le choix de la face quant à l'application de la peinture, il serait plus intéressant pour un industriel de traiter thermiquement quelques pièces du lot pour voir l'évolution la géométrie de la pièce sous l'effet de la température. Par la suite, et en fonction des résultats obtenus, on peut agir sur le procédé de moulage de telle sorte qu'une fois la peinture est appliquée et cuite, elle agit pour atténuer la déformation. On peut par exemple créer une différence de température entre les deux parties du moules, ainsi on peut introduire un champ de contrainte qui agit dans le sens inverse de la déformation induite par la solidification de la peinture.

RÉFÉRENCES

- [1] LAWNICZAK, J. and CALLHAN, M., Eastman Chemical Company, 200 Wilcox Drive Kingsport, TN International Coatings for Plastics Symposium, May 20–22, 2002, Troy, MI.
- [2] RYNTZ, R.A., *Progress in Organic Coatings*, **27**, 241-254 (1996).
- [3] PENNINGTON, B.D., RYNTZ, R. URBAN, M.W., *Polymer*, **40**, 4795–4803 (1999).
- [4] MIRABELLA, F.M., DIOH, N. and ZIMBA, C.G., *Polym. Eng.Sci.*, **40:9**, 2000-2006 (2000).
- [5] STREBEL, J.J., MIRABELLA, F.M., BLYTHE, C., and PHAM, T., *Polym. Eng. Sci.*, **44:8**, 1588-1593, 2004.
- [6] MOFFITT, M., RHARBI, Y., CHEN, W., TONG, J.D., WINNIK, M.A., D.W. THURMAN, J.P., OBERHAUSER, J.A. KORNFIELD and R.A. RYNTZ,, *J. Polym. Sci., Pt.B*, **40**, 2842–2859 (2002).
- [7] RYNTZ, R.A. and FORD, A. *Antec'96*, 2707-2710 (1996).
- [8] ROSE, A, RYNTZ, R.A., *Ford Motor Company, Automotive Component. Dearborn, Michigan 48121*.
- [9] CSER, F., and SHANKS, R.A., *Journal of Thermal Analysis*, **54**, 637-650 (1998).
- [10] POUSSIN, L., BERTIN, Y.A., PARIOT, J., BRASSY, C., *Polymer*, **39**, 4261–4265 (1998).

- [11] ZHANG, F., GONG, Y., and HE, T., *Euro Polym J.*, **39**, 2315-2322 (2003).
- [12] AL-RAHEIL, I.A., QUDAH, A.M., AL-SHARE, M., *Journal of Applied Polymer Science*, **67**, 1259-1265 (1998).
- [13] DROZDOV, A.D. and CHRISTIANSEN, *Journal of Polymer*, **43**, 4745-4761 (2002).
- [14] CSER, F., HOPEWELL, J., and KOSIOR, E., *Journal of Thermal Analysis*, **53**, 493-508 (1998).
- [15] SHIH-YUNG, L., FORD Motor Company, *Antec '97/680*, 1712-1717 (1997).
- [16] CORCORAN, E.M., *Journal of Paint Technology*, **41**, 538, 635-40 (1969).
- [17] PERERA, D.Y., EYNDE, D.V., *Journal of Coatings Technology*, **53:677**, 39-44 (1981).
- [18] PERERA, D.Y., EYNDE, D.V., *Journal of Coatings Technology*, **53:678**, 40-45 (1981).
- [19] BOERMAN, A.E., PERERA, D.Y., *Journal of Coatings Technology*, **70:881**, 69-75 (1998).
- [20] CROLL, S.G., *Journal of Applied Polymer Science*, **23**, 847-858 (1979).
- [21] LEI, H., PAYNE, J.A., McCORMICK, A.V., FRANCIS, L.F., GERBERICH, W.W., CROLL, L.G., *Journal of Applied Polymer Science*, **81**, 1000-1013 (2001).
- [22] SANSCHAGRIN, B., Notes de cours –MEC8903.
- [23] TIAN, J., YU, W., ZHOU, C., *Journal of Polymer*, **47**, 7962-7969 (2006).

- [24] BARROSO, V.C., MAIS, J.M., *Journal of Polymer Engineering and Science*, **45**, 984-997 (2005). Society of Plastics Engineers.

http://www2.dupont.com/Automotive/en_US/products_services/paintCoatings/plasticExterior.html

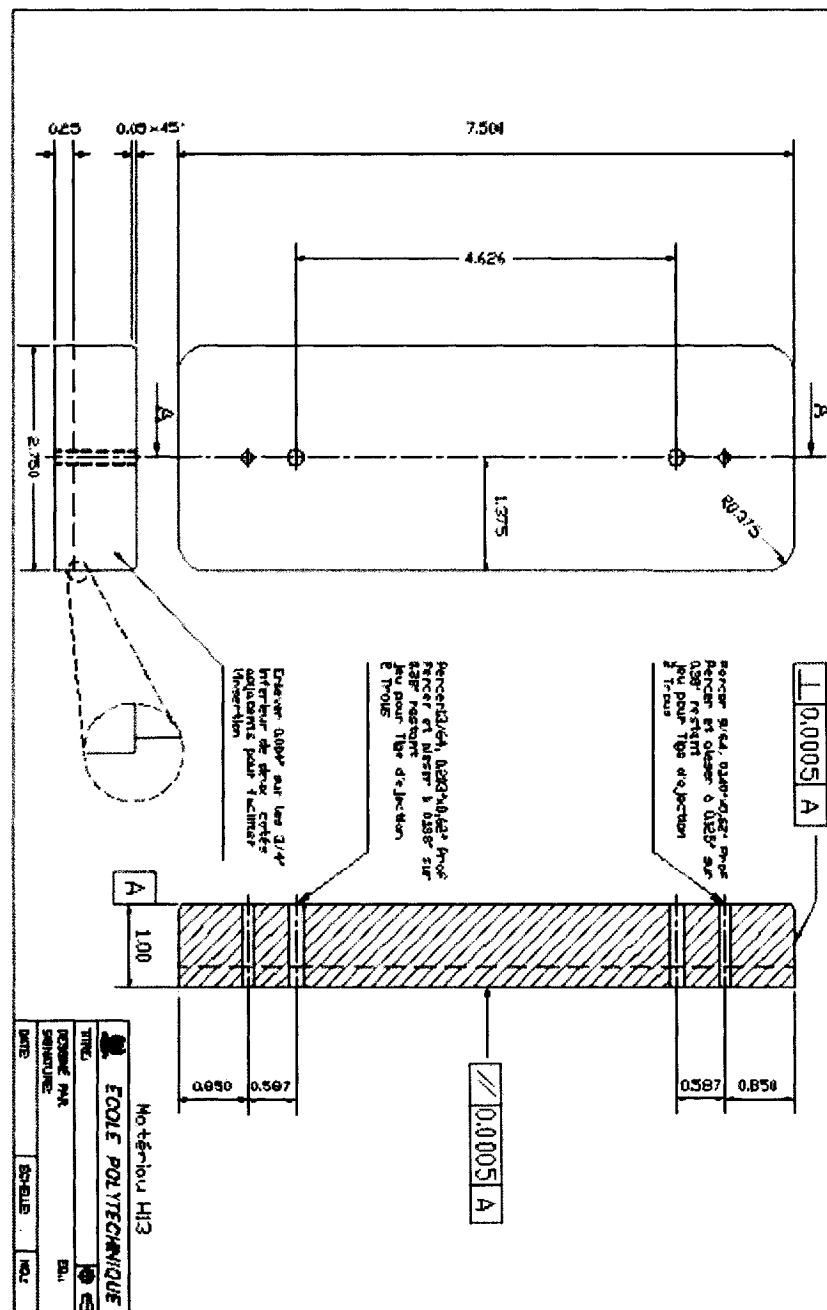
<http://www.defelsko.com/technotes/adhesion-testing-wood.pdf>

http://www.defelsko.com/technotes/adhesion_methods.htm

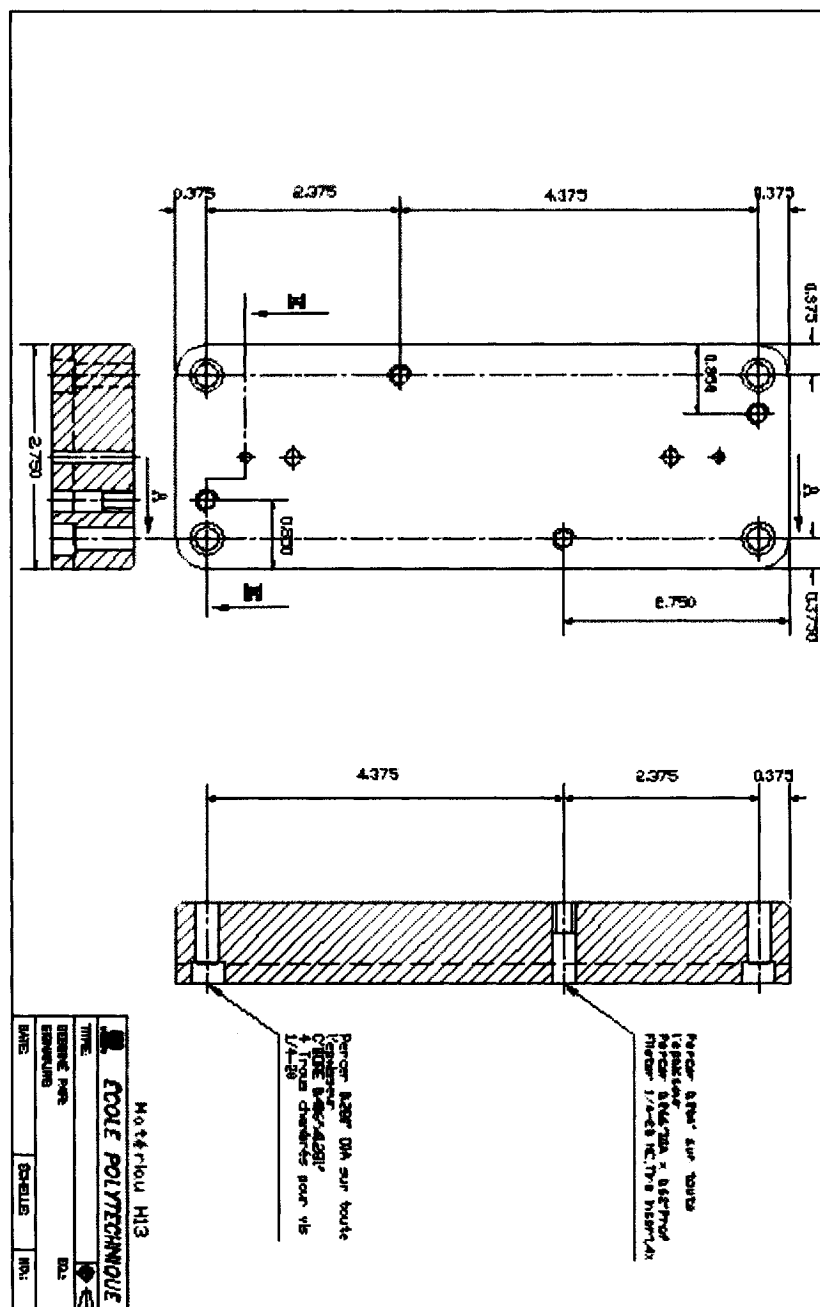
<http://www.ogpnet.com/ogpAccuracy.jsp?page=66>

http://www.polyone.com/downloads/pdfs/prodinfo/ElastamaxXL_im.pdf

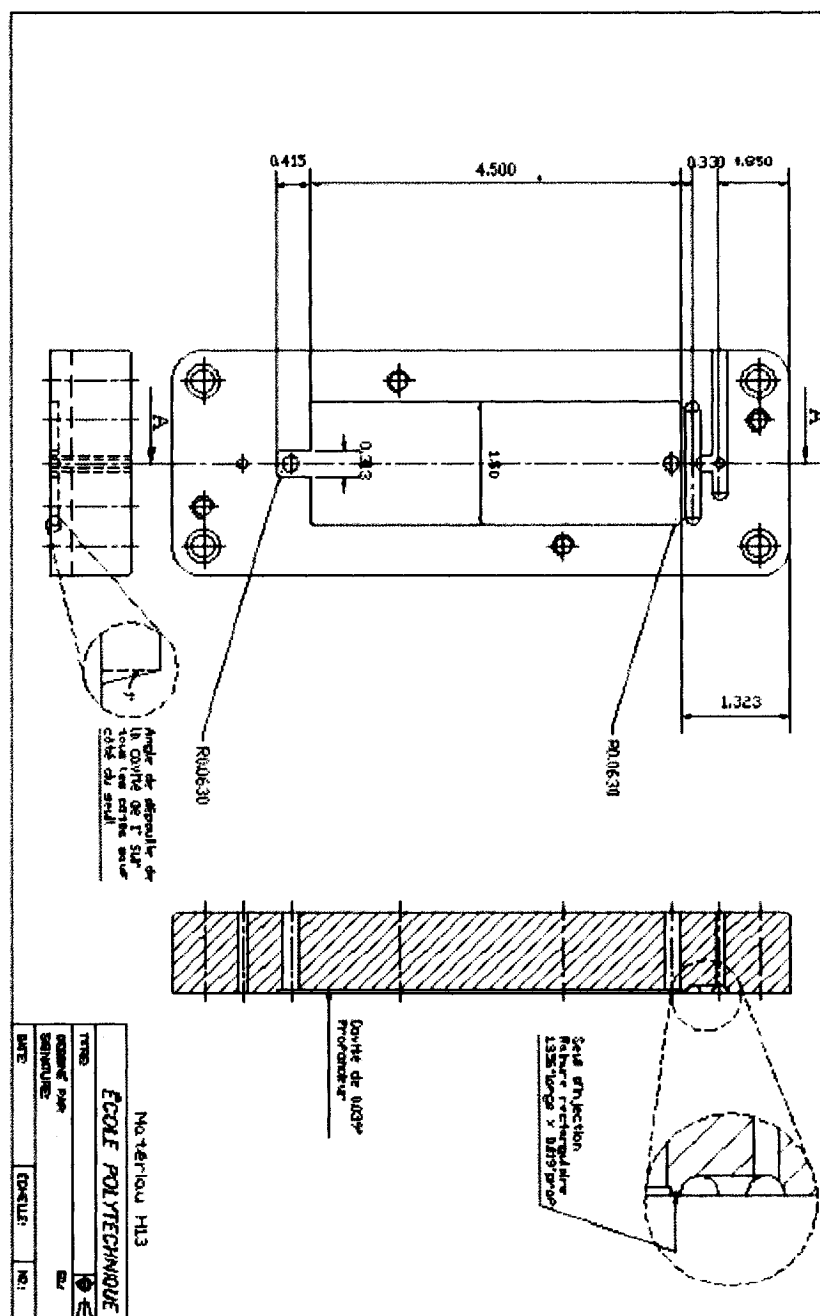
Annexe A.1 - Dessin de définition de l'insert fabriqué
Annexe A.1. 1 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



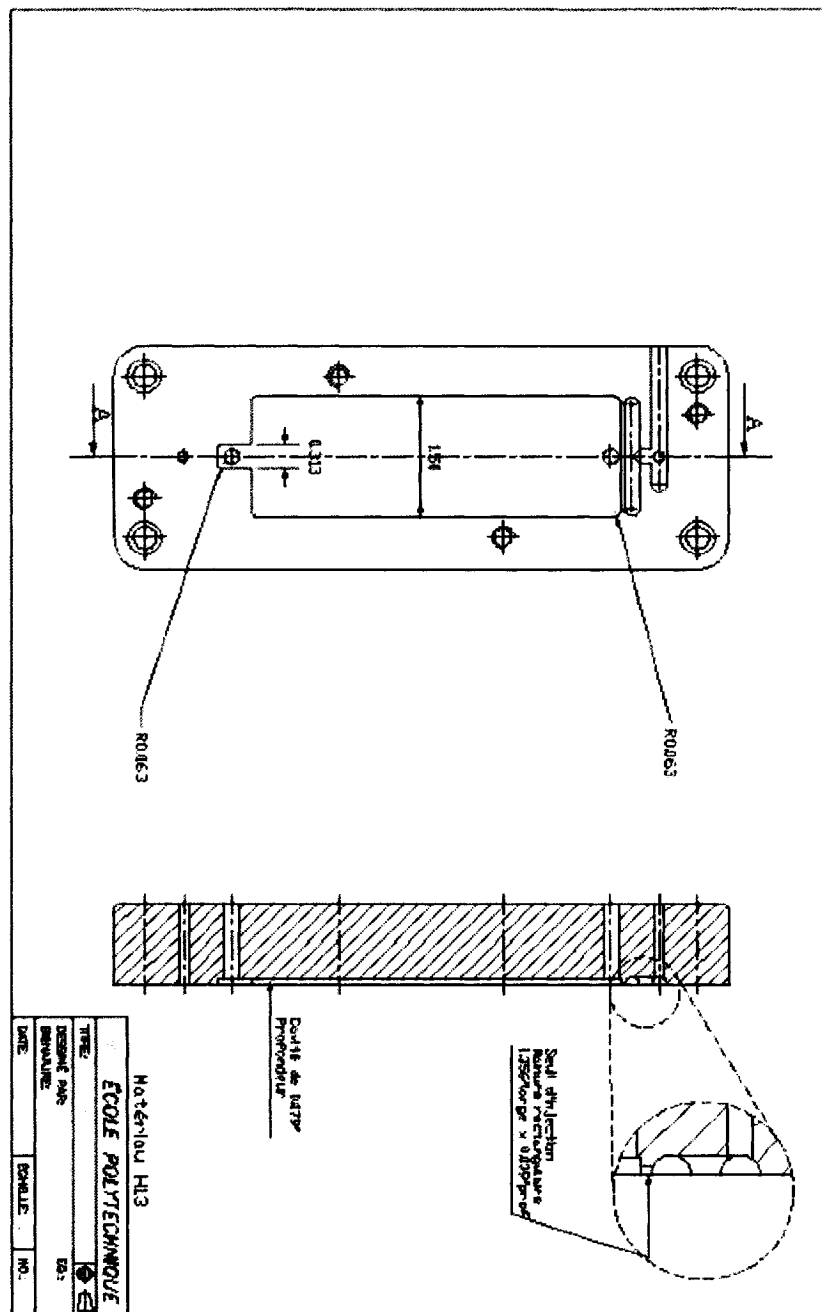
Annexe A.1. 2 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



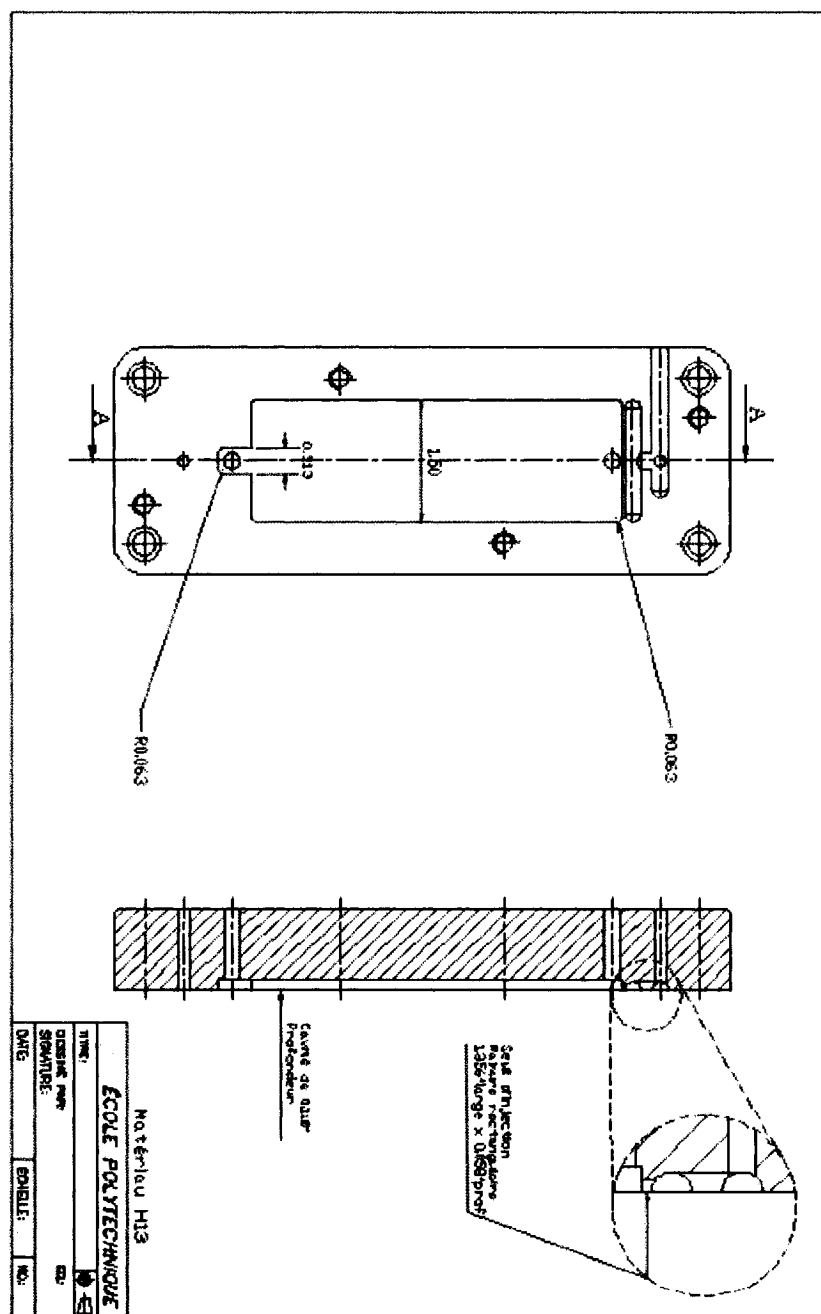
Annexe A.1. 4 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



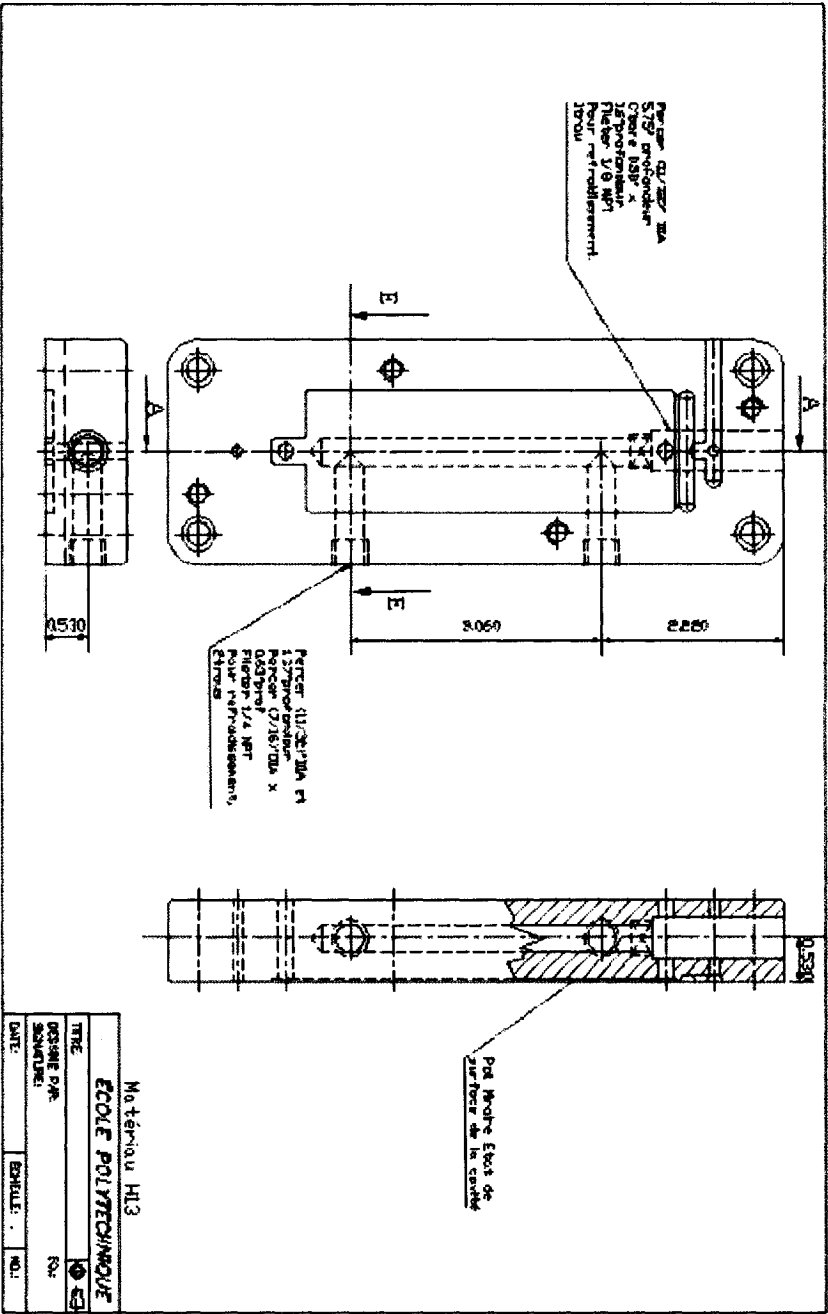
Annexe A.1. 5 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



Annexe A.1. 6 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



Annexe A.1. 7 - Dessin de définition de l'insert fabriqué



Annexe A.2 - Modèle d'éjecteur choisi

D-M-E Standard TDC Finish Ejector Pins

D-M-E standard thru-hard ejector pins feature a thin-dense chrome finish and a flat the head for easy keying



- Improve lubricity without external lubrication
- Improve wear and corrosion resistance
- Surface hardness greater than 70 HRc
- Centerless ground 'D' diameter
- Precision made of superior quality thermal shock resisting hotwork die steel.
- Core hardness of 50 – 55 HRc minimises nicking, dishing, bending.
- Flat on head facilitates rotational positioning for keying of ejector pins.
- Hot-forged heads provide uniform grain flow, higher tensile strength.

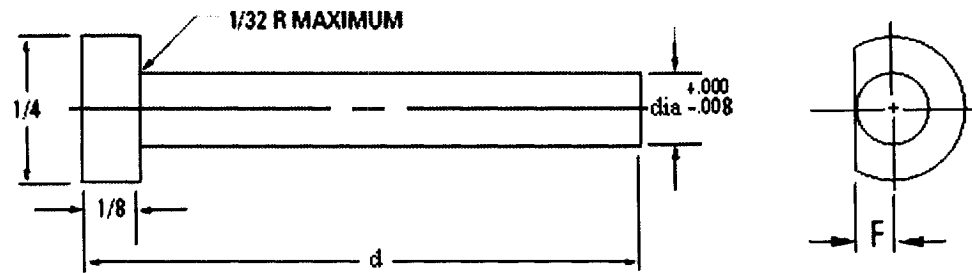


Figure A.2.1 -Modèle d'éjecteur choisi.

Tableau A.2. 1 - Modèle d'éjecteur choisi

ITEM NUMBER		dia	H	K	F
10" LENGTH	14" LENGTH	PIN diameter	HAD DIA	HEAD THIK	FLAT
THA0910	THA0914	1/8 (0.125)	1/4	1/8	0.065
THA1310	THA1314	3/16 (0.188)	3/8	3/16	0.096
THA1710	THA1714	1/4 (0.250)	7/16	3/16	0.127
THA2110	THA2114	5/16 (0.313)	1/2	1/4	0.159
THA3310	THA3314	1/2 (0.500)	3/4	1/4	0.252

Annexe A.3 - Test de DSC du fournisseur

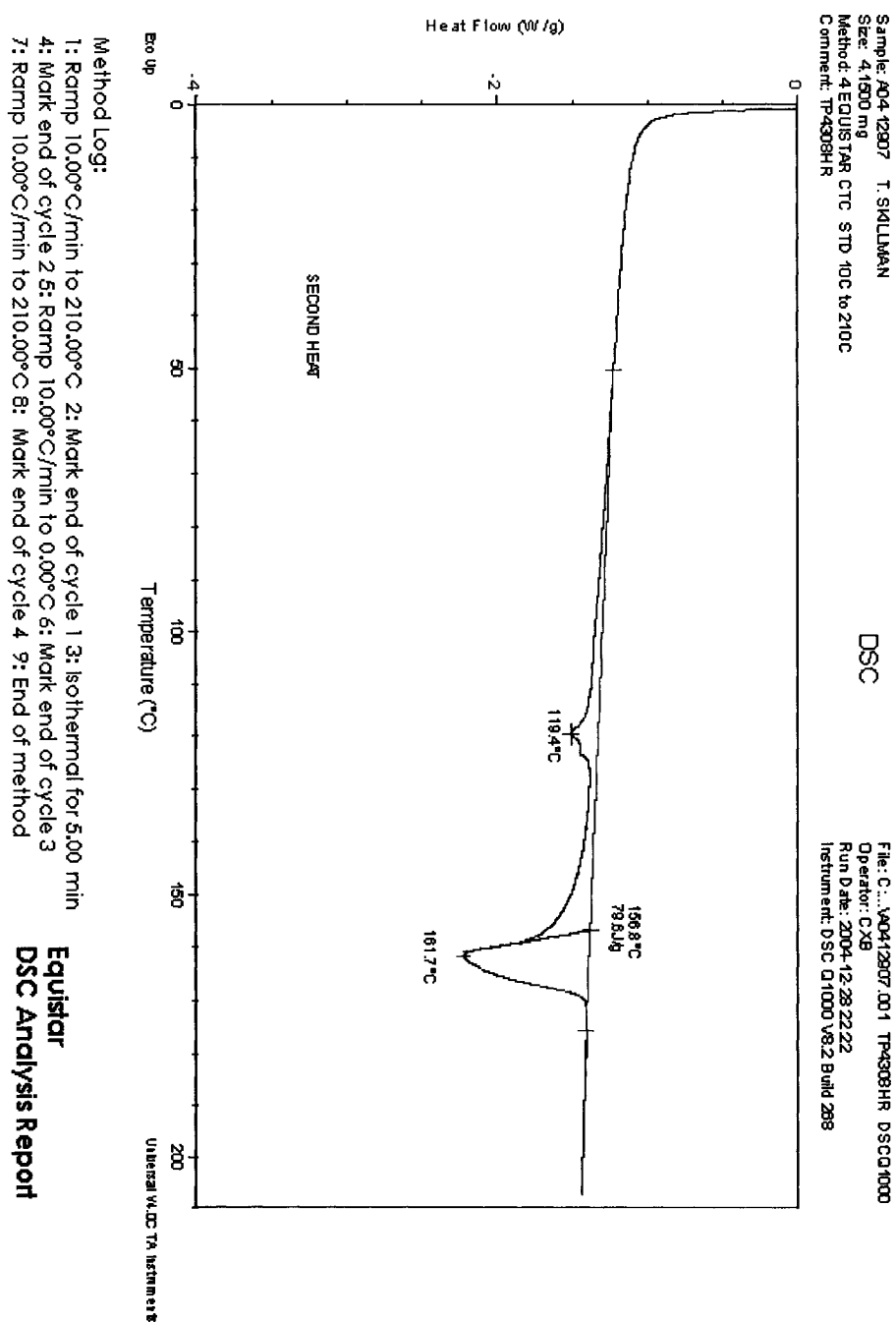


Figure A.3.1 - Test standard de DSC du fournisseur.

EQUISTAR --Cincinnati Research Center Thermal Analysis Report

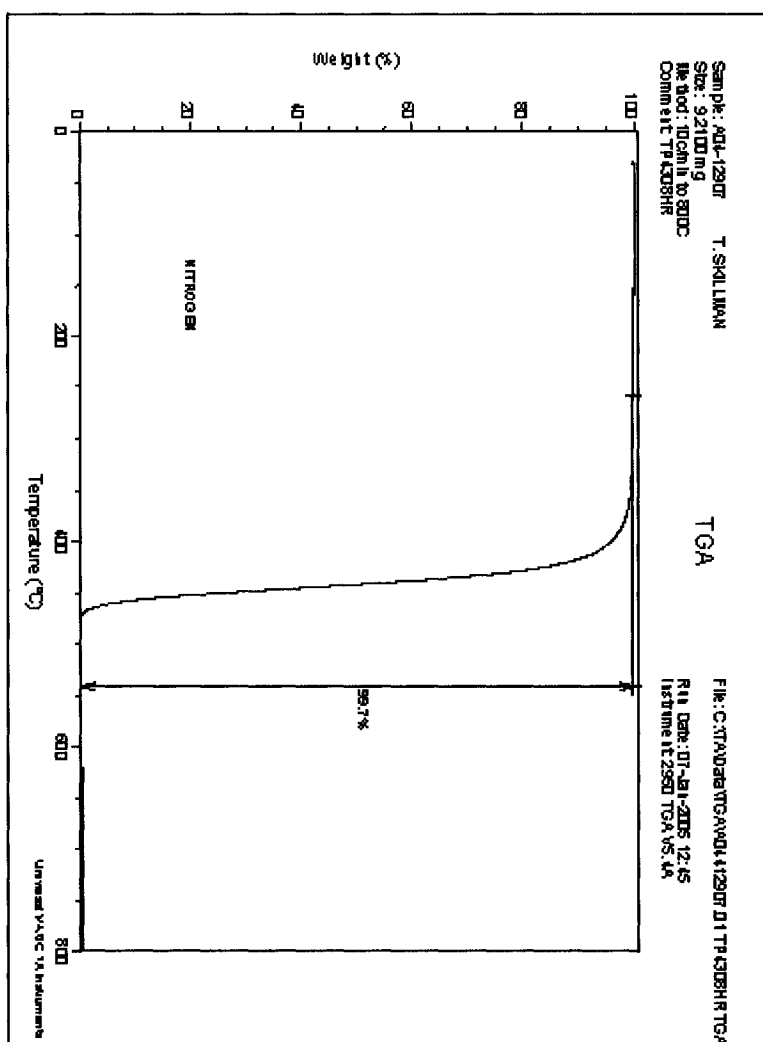


Figure A.4.1 - Test standard du fournisseur.

Method Log:

- 1: Data storage: Off 2: Equilibrate at 30.00°C 3: Data storage: Off 4: Isothermal for 15.00 min 5: Data storage: On 6: Ramp 10.00°C/min to 800.00°C 7: Data storage: Off 8: End of method

Tableau A.4.1 - Test de DSC et de TGA du TP 4308-HR

Caractéristique	Valeur	Unité
Test de DSC		
Enthalpie totale	79.6	J/g
Température du premier pic de fusion	119.4	°C
Température du deuxième pic de fusion	161.7	°C
Température de début de fusion (onset)	156.8	°C
Bornes d'intégration	50-175	°C
Masse de l'échantillon	4.15	mg
Test de TGA		
Température de dégradation	280	°C
Masse de l'échantillon	9.2	mg

Annexe A.5 - Tableaux de valeurs des critères de comparaisons
Cas des pièces telles qu'injectées

Tableau A.5.1 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D1 \pm TorsPS$, $D2 \pm TorsLS$ en fonction de P_{maint}

Pression en (MPa)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
10	7914.02	2232	78.56	1.93 ± 0.14	0.82 ± 0.23
20	8206.55	22.10	78.78	1.92 ± 0.17	0.93 ± 0.22
30	8535.41	22.95	77.93	2.03 ± 0.22	1.40 ± 0.30
40	8827.84	22.66	78.21	1.99 ± 0.20	1.17 ± 0.28
50	6443.57	24.94	75.94	1.37 ± 0.19	0.70 ± 0.39
60	6414.02	26.18	74.70	1.39 ± 0.18	0.90 ± 0.38
70	7105.96	24.92	75.96	1.51 ± 0.19	0.92 ± 0.38

Tableau A.5.2 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D1 \pm TorsPS$, $D2 \pm TorsLS$ en fonction de V_{inj}

Vitesse d'inj en (mm/s)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
50	8019.51	17.76	83.13	1.69 ± 0.25	0.25 ± 0.18
60	6522.36	23.74	77.15	1.36 ± 0.21	0.66 ± 0.31
70	6620.92	25.81	75.08	1.41 ± 0.20	0.88 ± 0.36
80	5875.91	26.98	73.91	1.18 ± 0.16	0.90 ± 0.33
90	7256.51	23.23	77.66	1.58 ± 0.19	0.80 ± 0.32
100	6832.64	25.57	75.31	1.40 ± 0.16	1.13 ± 0.36
110	7149.84	23.29	77.60	1.63 ± 0.15	0.93 ± 0.27

Tableau A.5.3 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de T_{mat}

Température en (°C)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
210	3105.89	33.68	67.21	0.57 ± 0.07	0.39 ± 0.21
215	3661.75	25.74	75.15	0.90 ± 0.08	0.34 ± 0.12
220	2908.80	30.87	70.02	0.65 ± 0.07	0.27 ± 0.14
225	2796.76	30.50	70.39	0.64 ± 0.05	0.45 ± 0.13
230	2629.12	27.82	73.07	0.59 ± 0.06	0.40 ± 0.10

Cas des pièces traitées et non peintes**Tableau A.5.4 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de P_{maint}**

Pression en (MPa)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
10	7914.02	22.32	78.56	1.93 ± 0.14	0.82 ± 0.23
20	8206.55	22.10	78.78	1.92 ± 0.17	0.93 ± 0.22
30	8535.41	22.95	77.93	2.03 ± 0.22	1.40 ± 0.30
40	8827.84	22.66	78.21	1.99 ± 0.20	1.17 ± 0.28
50	6443.57	24.94	75.94	1.37 ± 0.19	0.70 ± 0.39
60	6414.02	26.18	74.70	1.39 ± 0.18	0.90 ± 0.38
70	7105.96	24.92	75.96	1.51 ± 0.19	0.92 ± 0.38

Tableau A.5.5 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de V_{inj}

Vitesse d'inj en (mm/s)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
50	8019.51	17.76	83.13	1.69 ± 0.25	0.25 ± 0.18
60	6522.36	23.74	77.15	1.36 ± 0.21	0.66 ± 0.31
70	6620.92	25.81	75.08	1.41 ± 0.20	0.88 ± 0.36
80	5875.91	26.98	73.91	1.18 ± 0.16	0.90 ± 0.33
90	7256.51	23.23	77.66	1.58 ± 0.19	0.80 ± 0.32
100	6832.64	25.57	75.31	1.40 ± 0.16	1.13 ± 0.36
110	7149.84	23.29	77.60	1.63 ± 0.15	0.93 ± 0.27

Tableau A.5.6 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de T_{mat}

Température en (°C)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
210	3105.89	33.68	67.21	0.57 ± 0.07	0.39 ± 0.21
215	3661.75	25.74	75.15	0.90 ± 0.08	0.34 ± 0.12
220	2908.80	30.87	70.02	0.65 ± 0.07	0.27 ± 0.14
225	2796.76	30.50	70.39	0.64 ± 0.05	0.45 ± 0.13
230	2629.12	27.82	73.07	0.59 ± 0.06	0.40 ± 0.10

Cas des pièces peintes

Tableau A.5.7 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorLS$ en fonction de P_{maint}

Pression en (MPa)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
10	5774.35	45.18	55.71	0.98 ± 0.37	0.34 ± 0.04
20	5982.67	40.45	60.47	1.02 ± 0.02	0.30 ± 0.40
30	6799.33	40.81	60.07	1.22 ± 0.01	0.35 ± 0.44
40	6255.99	41.33	59.56	1.14 ± 0.18	0.37 ± 0.41
50	6639.05	42.06	58.82	1.20 ± 0.02	0.39 ± 0.43
60	7055.58	41.38	59.51	1.28 ± 0.02	0.38 ± 0.48
70	7177.81	38.19	62.70	1.22 ± 0.02	0.26 ± 0.52

Tableau A.5.8 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de V_{inj}

itesse d'inj en (mm/s)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
50	6148.14	39.71	61.18	1.10 ± 0.03	0.45 ± 0.36
60	6452.87	37.64	63.24	1.08 ± 0.03	0.41 ± 0.39
70	6718.55	36.51	64.38	1.07 ± 0.03	0.33 ± 0.44
80	8491.44	36.21	64.68	1.41 ± 0.02	0.32 ± 0.62
90	6867.32	36.91	63.98	1.15 ± 0.01	0.27 ± 0.5
100	5873.76	40.01	60.88	1.02 ± 0.02	0.27 ± 0.42
110	4489.78	44.81	56.08	0.78 ± 0.03	0.26 ± 0.29

Tableau A.5.9 - VT, V_{inf} , V_{sup} , $D_1 \pm TorsPS$, $D_2 \pm TorsLS$ en fonction de T_{mat}

Température en (°C)	VT moyen (mm ³)	% V_{inf} en (%)	% V_{sup} en (%)	$D_1 \pm TorsPS$ (près du seuil)	$D_2 \pm TorsLS$ (loin du seuil)
210	4479.88	51.28	49.61	0.88 ± 0.04	0.48 ± 0.25
215	3269.76	53.15	47.74	0.62 ± 0.04	0.33 ± 0.16
220	3500.60	56.67	44.22	0.71 ± 0.04	0.37 ± 0.16
225	3206.87	58.59	42.30	0.67 ± 0.04	0.39 ± 0.14
230	5109.90	52.15	48.73	1.04 ± 0.03	0.45 ± 0.29

Annexe A.6 - Viscosité dynamique des deux lots

Tableau A.6.1 - Tests rhéologiques du 1^{er} et du 2^e lot du TPO utilisé

Fréquence en (rd/s)	Eta' en (Pa-s)	Eta'' en (Pa-s)	Eta' en (Pa-s)	Eta'' en (Pa-s)
	Premier batch		Deuxième batch	
0.1	1541.04	1569.95	1361.66	1386.3
0.15849	1477.16	1496.56	1304.46	1323.15
0.25119	1429.19	1444.51	1256.32	1271.5
0.39811	1387.12	1401.21	1213.84	1227.53
0.63096	1343.43	1357.88	1170.86	1184.57
1	1294.49	1311.71	1126.01	1141.13
1.58489	1235.21	1257.3	1077.53	1095.69
2.51189	1165.63	1194.57	1020.81	1043.81
3.98107	1083.75	1121.9	953.864	983.52
6.30957	984.811	1034.11	874.791	913.091
10	872.466	934.725	782.848	831.536
15.8489	753.919	829.88	682.955	743.199
25.1189	631.839	720.986	578.679	650.408
39.8107	509.079	609.806	472.653	555.076
63.0957	388.03	499.407	367.803	458.658
100	278.009	390.287	269.56	363.094

Annexe A.7 - Masse des échantillons en fonction de la pression de maintien

Tableau A.7.1 - Masse de l'échantillon en fonction de la pression de maintien

Pression de maintien en (MPa)	Masse de l'échantillon non peint en (g)	Masse de l'échantillon peint en (g)	Masse de la couche de peinture en (g)
10	3,81262	4,07552	0,2629
20	3,85766	4,0981	0,24044
30	3,89706	4,1348	0,23774
40	3,91066	4,16346	0,2528
50	3,92026	4,18488	0,26462
60	3,9469	4,2167	0,2698
70	3,98976	4,24274	0,25298

Annexe A.8 - Profils des pièces telles qu'injectées vs paramètres de moulage

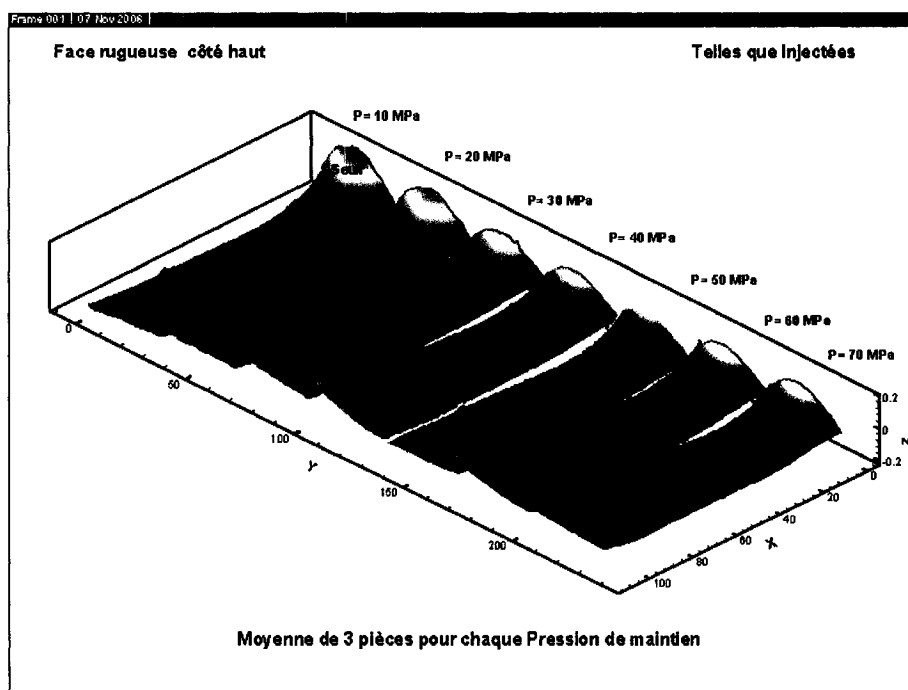


Figure A.8.1 - Géométrie des pièces telles qu'injectées en fonction de P_{maint} .

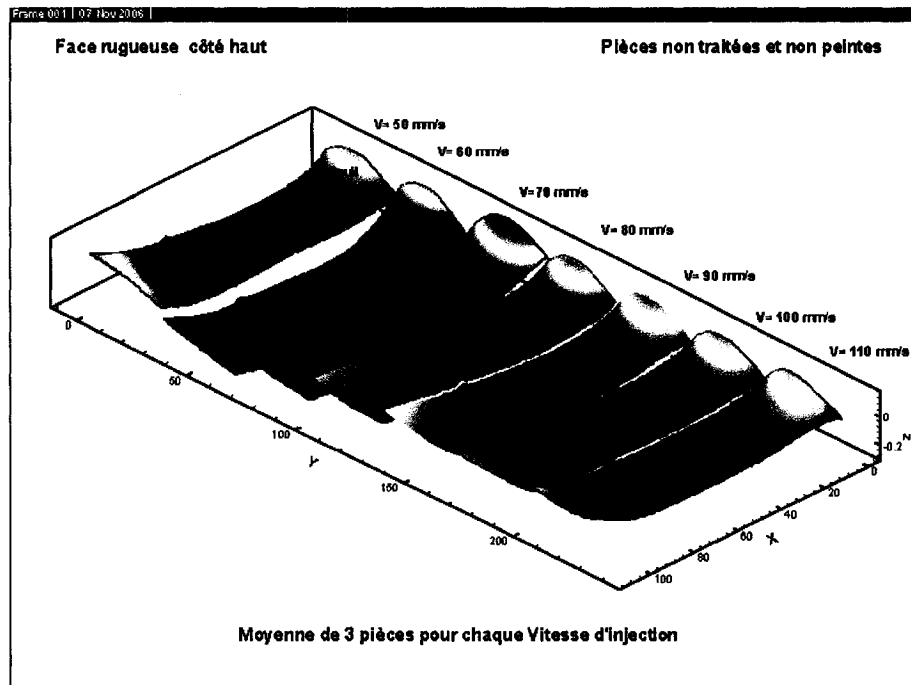


Figure A.8.2 - Géométrie des pièces telles qu'injectées en fonction de V_{inj} .

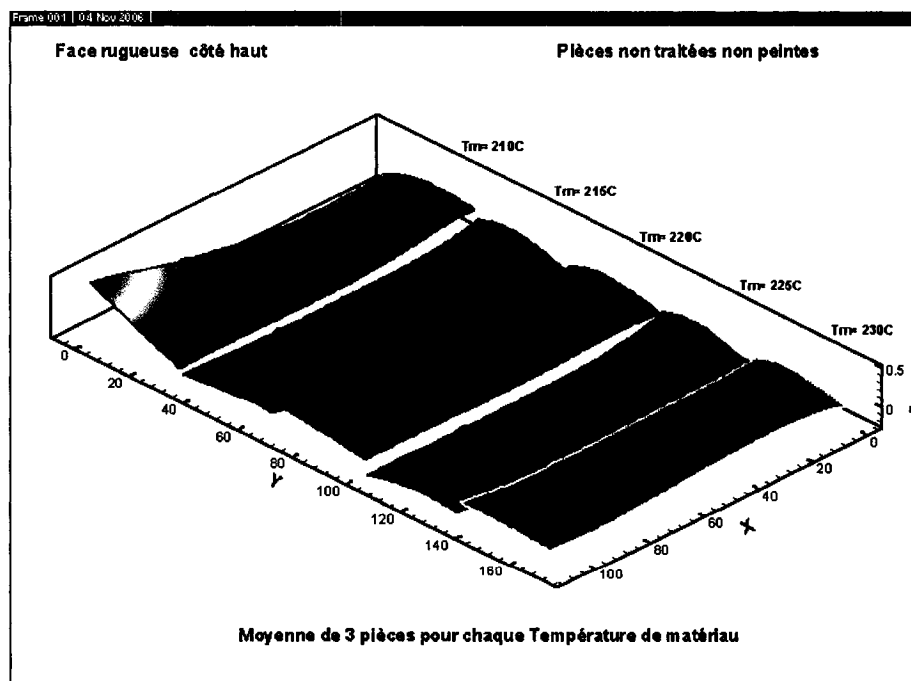


Figure A.8.3 - Géométrie des pièces telles qu'injectées en fonction de T_{mat} .

Annexe A.9 - Profils des pièces traitées thermiquement vs paramètres de moulage

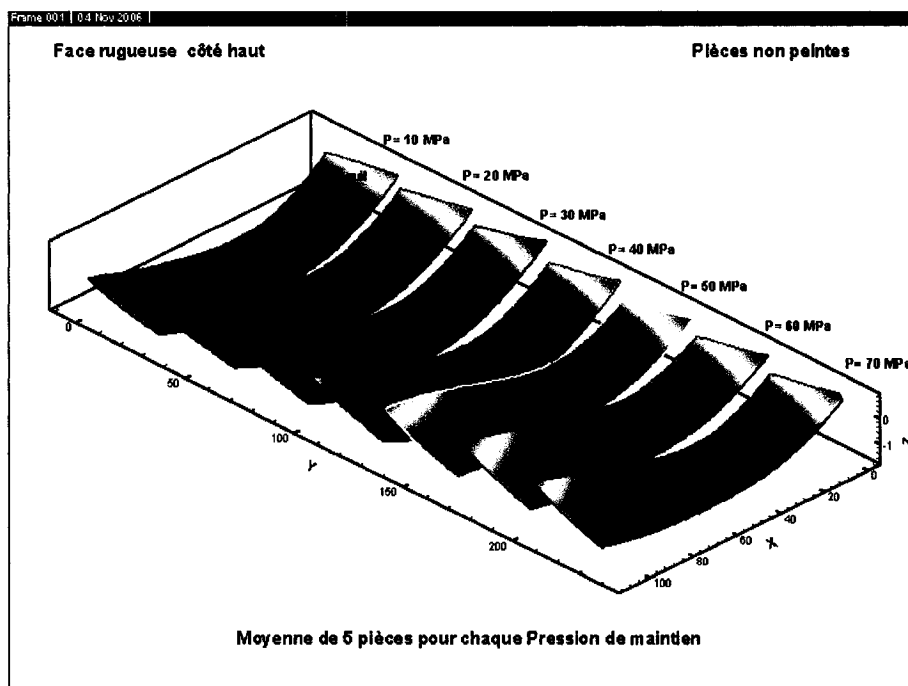


Figure A.9.1 - Géométrie des pièces traitées à 120°C en fonction de P_{maint} .

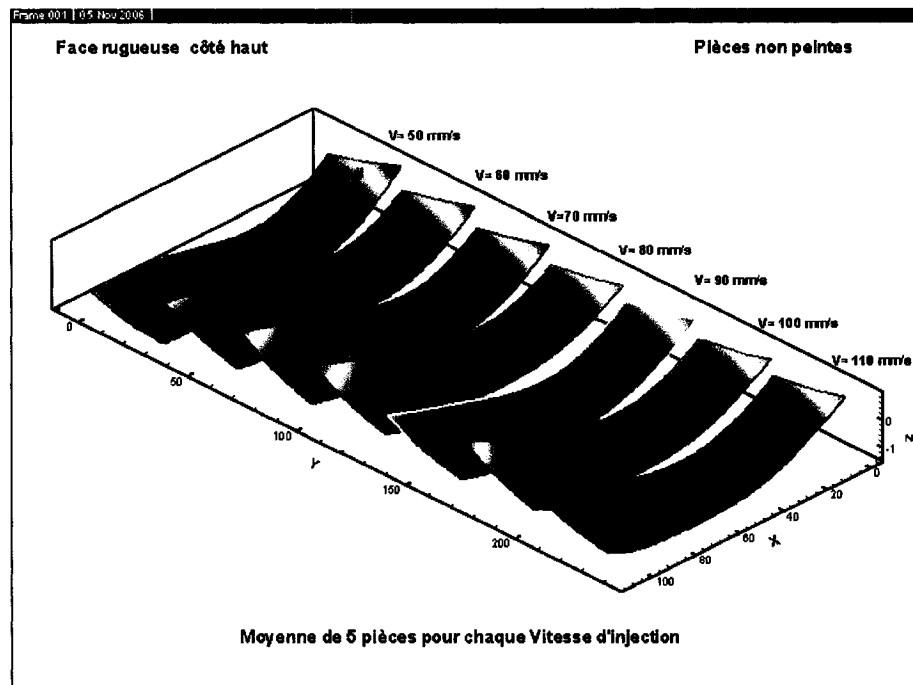


Figure A.9.2 - Géométrie des pièces traitées à 120°C en fonction de V_{inj} .

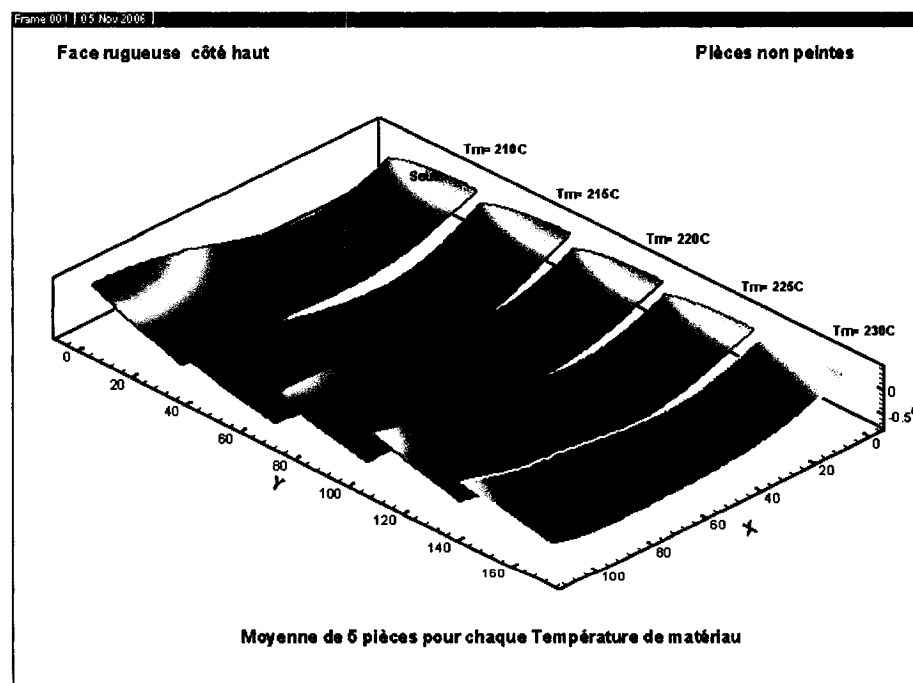


Figure A.9.3 - Géométrie des pièces traitées à 120°C en fonction de T_{mat} .

Annexe A.10 - Profils des pièces peintes vs paramètres de moulage

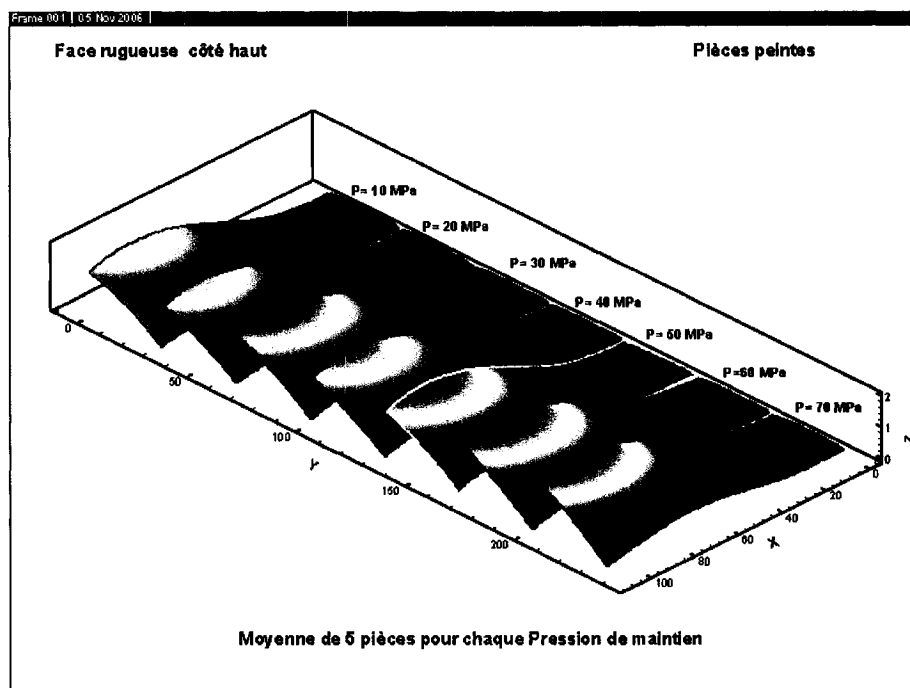


Figure A.10.1 - Géométrie des pièces peintes en fonction de P_{maint} .

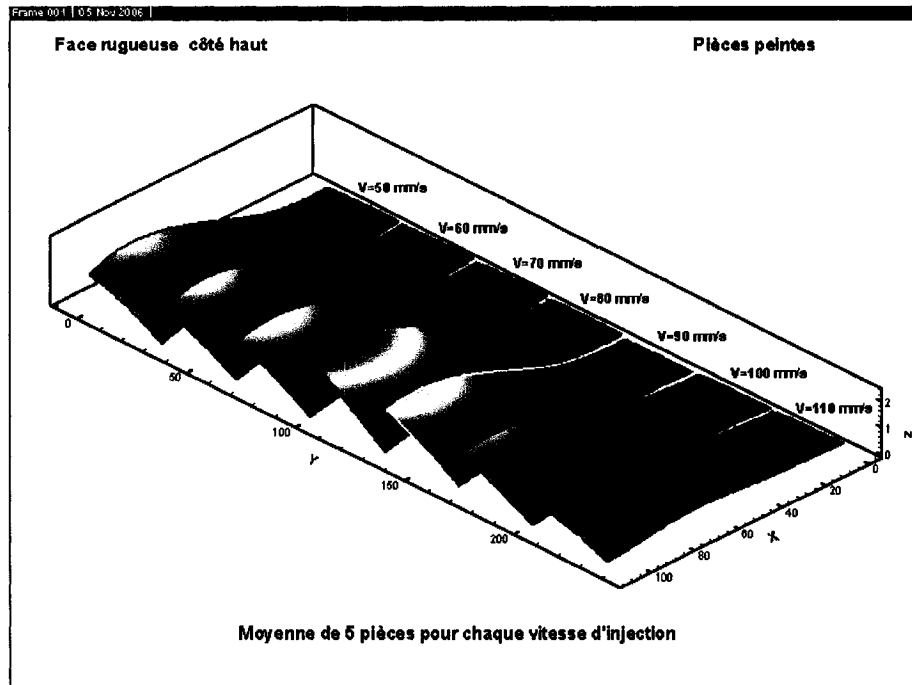


Figure A.10.2 - Géométrie des pièces pointes en fonction de V_{inj} .

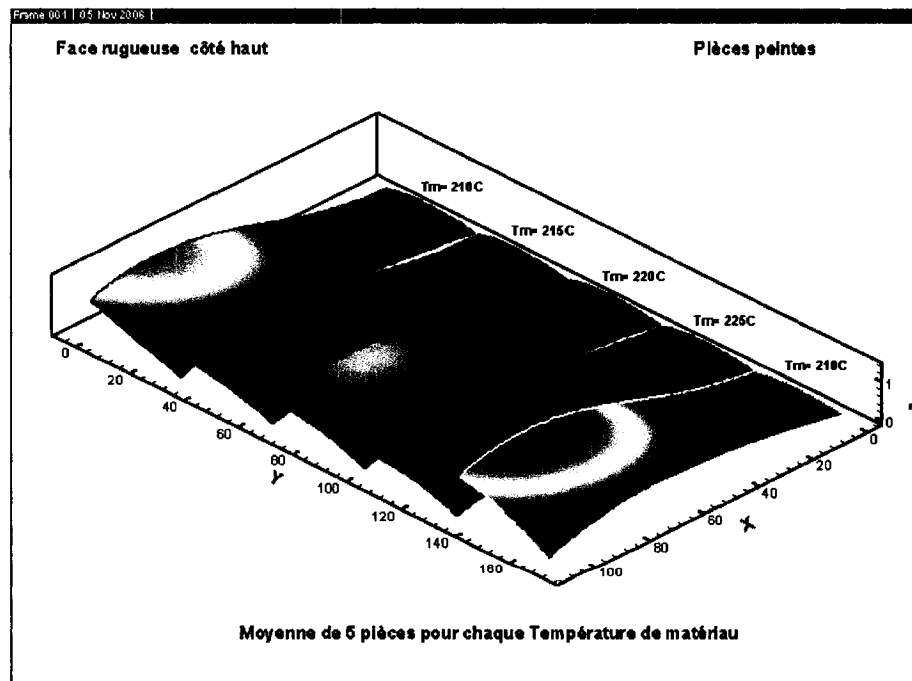


Figure A.10.3 - Géométrie des pièces pointes en fonction de T_{mat} .

Annexe A.11 - Domaines des paramètres variables et des paramètres de la presse

1) Température du moule

La température du moule T_{moule} qui n'était pas considérée dans cette étude a été fixée à 25°C, la plage recommandée par le fournisseur du matériau se situe entre 21°C et 26°C. Pour stabiliser cette température, on a dû recourir à un conditionneur de température fonctionnant avec de l'eau. Un contrôle continu de la température dans la cavité nous a révélé que sans refroidissement, la température du moule monte progressivement en fonction du nombre de cycles de moulage (8 degrés par heure de moulage environ).

2) Température de la matière

La température de la matière à la buse a été prise entre 210°C et 230°C, cette plage a été recommandée par le fournisseur. La valeur centrale a été fixée à 220°C. Dans le fourreau cette température est obtenue graduellement en chauffant 5 zones à l'aide d'éléments chauffants qu'on contrôle volontairement. De la trémie jusqu'à la buse, la température a été réglée de cette manière : 45°C, 160°C, 175°C, 200°C et 220°C.

3) Force de fermeture de la presse à injection

Pour pouvoir varier la pression de maintien sur une large plage, la force de fermeture de la presse a été ajustée à sa valeur maximale $F_f = 50$ tf. En conséquence, aucune bavure n'a été constatée sur nos pièces fabriquées dans cette plage.

4) Vitesse d'injection

La vitesse d'injection de 40 mm/s a été choisie en se référant au polypropylène, un matériau dont les caractéristiques rhéologiques sont proches de celles de notre matériau. Cette vitesse a été réajustée par la suite en raison de son interaction avec la position de transfert et le coussin de matière restant. Par expérimentation, une vitesse d'injection de $V_1 = 80$ mm/s est choisie comme vitesse centrale et deux limites extrêmes 50 mm/s et 110 mm/s entre lesquelles les pièces obtenues sont complètes et ne présentent aucune bavure à leurs bordures.

5) Position de la vis

Celle-ci comprend le volume de la matière introduit dans la cavité et dans les canaux d'alimentation. Dans nos essais, on a fixé la position la plus reculée possible de la vis

qui permet d'obtenir une telle moulée. Après plusieurs essais, la position qui remplit juste la cavité mais sans aucune bavure. La position trouvée est 28.5 mm.

6) Position de changement de vitesse (paliers de vitesse)

Pour éviter d'éventuelles bavures, on a décidé de réduire la vitesse de la vis juste à la fin de l'injection. Cette mesure permet d'avoir une vitesse d'injection V_1 sur presque la totalité de la course et de compléter le remplissage avec une plus faible vitesse V_2 . Au moment de l'étude de l'effet de la vitesse d'injection, il a été possible de faire varier V_1 entre deux valeurs V_{\min} et V_{\max} sans modifier V_2 .

Il a été constaté qu'à une position P_{v-v} donnée, le remplissage total de la cavité sans bavure s'effectue à l'aide de V_2 tant que la vitesse V_1 n'a pas dépassé une certaine limite. Au delà de cette limite, on a pu observer, à partir des graphes recueillis lors de l'injection, que le pic de pression dû à V_2 disparaît complètement sous le pic dû à V_1 . Le compromis à faire dans cette situation était donc d'éloigner le plus possible la position P_{v-v} afin de maintenir une vitesse d'injection V_1 le plus longtemps possible, mais pas aussi loin pour éviter d'éventuelles bavures.

7) Pression de maintien

En fixant V_1 à 80 mm/s et la température de la matière à 220C°, les deux limites de la pression de maintien 10 MPa et 70 MPa ont été trouvées. Ces deux valeurs ont été obtenues par essai et erreur. On a constaté sur le plan de la qualité que des pièces moulées sous une pression inférieure à 10 MPa présentaient des retassures alors que celles moulées au-dessus de 70 MPa avaient des bavures sur les bords. On a présenté graphiquement la masse de la pièce en fonction de la pression de maintien, on a constaté que la masse de la pièce change brusquement aux environs de 80 MPa (figure A.11.1), preuve de présence de bavures importantes aux bords de la pièce.

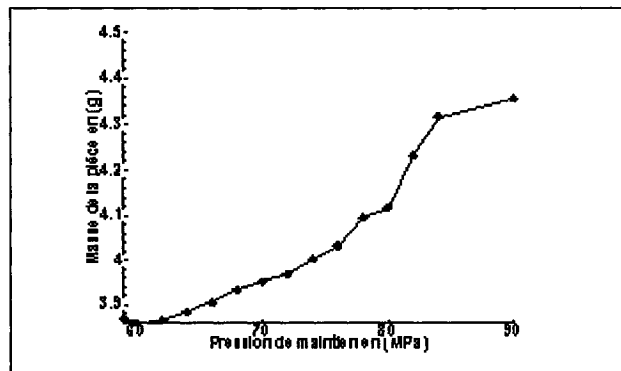


Figure A.11.1 - Évolution de la masse de la pièce en fonction de la pression de maintien.

8) Position de commutation (injection – maintien)

Le choix de la position de transfert P_{v-p} était aussi très difficile en raison de son interaction avec la pression de maintien. Au cours des essais, l'épaisseur du coussin de matière restant a montré des variations importantes en fonction de la pression de maintien. En effet, une position très rapprochée de la fin de course de la vis risque de ne pas être suffisante pour pouvoir atteindre la valeur maximale désirée de la pression de maintien. La position de 3 mm était la position adéquate de transfert (V-P) pour la plage de pression de maintien de 10 MPa à 70 MPa.

À première vue, la valeur de 70 MPa est un peu élevée par rapport à celle du polypropylène (40 MPa), mais ceci est tout à fait normal compte tenu du comportement caoutchouteux du TPO. La présence de 30 % d'élastomère dans la composition du TPO provoque un recul de la vis juste à la position de transfert. Or, comme notre cavité est de 1 mm, les forces de frottement à vaincre sont importantes. Le pic de pression dû à V_2 atteint même 104 MPa. En conséquence et compte tenu du comportement caoutchouteux, le passage d'une pression de l'ordre de 100 MPa à 70 MPa au maintien ne peut s'effectuer sans retour brusque de la matière vers le fourreau. Ceci a pu être vérifié en regardant les graphes de la pression et celui de la position de la vis en fonction du temps du cycle. Le recul de la vis est bien visible. Ce recul est d'autant plus

important que la différence entre la pression d'injection en fin de cycle et celle de maintien est plus importante.

9) Temps de maintien

C'est le temps nécessaire pour figer complètement la matière au niveau du seuil dans les conditions les plus défavorables de pression de maintien et de température. Dans les essais, le délai est ajusté à 35 s pour pouvoir figer le seuil dans le cas d'une pression de maintien de 70 MPa et d'une température de matière de 230°C. Ce temps a été maintenu pour tous les tests.

10) Temps de refroidissement de la pièce

Un temps de refroidissement suffisamment long est nécessaire pour les raisons suivantes :

- 1) une pièce bien refroidie se démoule facilement;
- 2) une pièce bien refroidie ne risque pas de se déformer lors de son éjection;
- 3) une pièce non refroidie suffisamment risque de se détacher de sa carotte dès l'ouverture du moule. Il n'est pas du tout pratique de dégager à chaque cycle la carotte de la partie fixe du moule.

Dans les essais, un temps de refroidissement de 15 s est utilisé. Ce délai s'est avéré adéquat pour démouler convenablement les pièces sans introduire de déformations lors de son éjection.

Les autres paramètres relatifs au moule et aux éjecteurs, tels que positions et vitesses de fermeture ou d'ouverture du moule, ou vitesses d'éjection des pièces sont souvent réglés de telle sorte que l'espace entre les parties fixes et mobiles soit suffisant pour démouler et retirer facilement la pièce, en particulier en mode semi-automatique de la machine. Le temps d'ouverture et de fermeture du moule est réduit de façon à diminuer le temps de séjour de la matière dans le fourreau. Un temps prolongé risque de créer un bouchon de matière au prochain cycle et ainsi de perturber les séquences de moulage. La vitesse d'éjection est réduite afin de faciliter l'éjection et de minimiser la déformation de la pièce.

Annexe A.12 - Incertitudes relatives à la machine

La précision de la machine est fonction de trois principaux paramètres qui sont le poids de la pièce, ses dimensions et la température de l'enceinte où se trouve la machine.

- 1- L'inertie de la pièce peut engendrer des erreurs dans les mesures. Dans le cas de la machine utilisée, le poids maximum autorisé ne devrait pas dépasser 30 kg, mais pour espérer avoir une erreur de l'ordre du micron, la masse de la pièce devrait être de l'ordre de 5 kg. Or, comme notre pièce pèse 4.5 g au maximum, on ne devrait pas s'inquiéter de ce côté.
- 2- Pour les dimensions de la pièce, la précision de la machine utilisée est fonction de la longueur de la pièce ou du parcours du faisceau laser. La formule de précision appliquée pour le profilomètre utilisé est la suivante :

$$E_x = \left[k + (\gamma d_1 / 1000) \right] \mu m$$

E_x = erreur maximale de mesure en μm

$x = 1, 2$ ou 3 : indice représentant une erreur linéaire, plane ou volumétrique

K = erreur systématique de la machine qui ne dépend pas de la longueur à mesurer

γ = une constante relative à l'erreur due au parcours

d_1 = longueur du parcours selon laquelle la précision est désirée

Pour les différentes directions, OGP exprime les erreurs de précisions comme suit :

$E1x = 1.5 + 3.d/1000$ (en μm), $E1x$ = erreur linéaire dans la direction de x

$E1y = 1.5 + 3.d/1000$ (en μm), $E1y$ = erreur linéaire dans la direction de y

$E1z = 1.0 + 5.d/1000$ (en μm), $E1z$ = erreur linéaire dans la direction de z

Évaluons maintenant les erreurs reliées aux dimensions de notre pièce :

le parcours du laser selon x est de 108 mm;

le parcours du laser selon y est de 34 mm.

Dans la direction de z, le parcours du laser n'est pas l'épaisseur de la pièce mais plutôt la distance séparant le point le plus haut et le plus bas de la pièce. Pour toutes les pièces qu'on a mesurées, cette distance n'a jamais dépassé 3 mm.

Les erreurs dues aux dimensions de la pièce sont résumées au tableau A.12.1.

Tableau A.12.1 - Erreurs relatives aux dimensions de la pièce

Ex en (μm)	1.824
Ey en (μm)	1.602
Ez en (μm)	1.015

- 3- Pour le paramètre de la température, le fabricant recommande $18-22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C/h}$ comme plage de température où on peut espérer obtenir une meilleure précision de la machine. Cependant, il est toujours possible d'effectuer des tests dans un environnement entre $15-30^{\circ}\text{C}$. Dans notre cas, on pense qu'on peut exclure ce dernier paramètre étant donné que la température du laboratoire est contrôlée en permanence. Elle est réglée à 23°C durant toutes nos manipulations.

Annexe A.13 - Stabilité de la pièce sur la table

Un autre problème toujours relié au fait que la pièce n'est pas à 100 % en contact avec la table est l'instabilité de la pièce. En effet, les mouvements alternatifs de la table de gauche à droite peuvent faire vibrer la pièce au cours du balayage et introduire des erreurs. L'erreur est d'autant plus élevée lorsque le poids de la pièce est faible et le changement de la direction de la table dans un sens ou dans l'autre s'effectue brutalement. On a tenté d'atténuer l'amplitude de ces erreurs, le seul moyen qu'on avait était la réduction de la vitesse de déplacement de la table jusqu'à 50 % de sa vitesse maximale.

Des tests de répétabilité ont été effectués successivement sur un échantillon traité et non peint, les résultats sont montrés au tableau A.13.1.

Tableau A.13. 1 - Résultats de 10 scans successifs sur un échantillon

Balayage	VTM (mm ³)	% V _{inf} en (%)	% V _{sup} en (%)	DT =D ₁ + D ₂ En (mm)
01	5930.014	21.30996	79.57967	2.055453
02	5918.504	21.44137	79.44826	2.059956
03	5917.425	21.40034	79.48929	2.058329
04	5918.504	21.41329	79.47634	2.050338
05	5919.943	21.40410	79.48553	2.058650
06	5919.943	21.38526	79.50437	2.057482
07	5925.338	21.41505	79.47458	2.057424
08	5919.943	21.42445	79.46519	2.058026
09	5923.180	21.39794	79.49169	2.057909
10	5982.890	21.24672	79.64291	2.063532

Après calcul, la moyenne et l'écart type du VT, % V_{inf}, % V_{sup} et DT sont portés dans le tableau A.13.2.

Tableau A.13. 2 - Moyenne et Ectype des différentes grandeurs

	VT (mm ³)	% V _{inf} en (%)	% V _{sup} en (%)	DT =D ₁ + D ₂ En (mm)
MOY	5927.5684	21.383848	79.505783	2.0577099
Ectype	19.811188	0.0595762	0.0595754	0.0033320
Erreur en %	0.33	0.27	0.07	0.16
$\pm \sigma$	19.81	0.05	0.05	0.05

En conclusion, les incertitudes de mesures dues à l'instabilité de la pièce sont négligeables.

Annexe A.14 - Calibration de la machine

Pour valider les résultats des mesures obtenues sur la machine, deux vérifications de la calibration de la machine ont été faites. Une première vérification avant les mesures et une autre après les mesures. Les dimensions obtenues (après une cinquantaine de mesures) sur la sphère étalon en utilisant le 'touch probe' montrent que l'erreur est de l'ordre de $1\text{ }\mu\text{m}$, du même ordre que la précision de la machine. D'autre part, l'écart type calculé est bien inférieur à la valeur tolérée (une bonne reproductibilité des mesures). Les dimensions de la sphère obtenues dans la première et la deuxième mesure sont résumées au tableau A.14.1.

Tableau A.14.1 - Dimensions de la sphère de la première et la deuxième calibrations

	Diamètre nominal Φ en (mm)	$\pm \sigma$ (mm)	$\Phi - \sigma$ en (mm)	$\Phi + \sigma$ en (mm)
Sphère de calibration	20,0018	0,00063	19,9388	20.00243
Avant les mesures	20,002726	0,000565	20.002161	20.003291
Après les mesures	20,00105	0.000286	20.000764	20.001336